



AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

**CARACTERIZAÇÃO DA LIGA DE NÍQUEL 600 COM ESTRUTURA ULTRAFINA
PROCESSADA PELA TÉCNICA DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA INTENSA (DPI)**

SILVIO LUIZ VENTAVELE DA SILVA

**Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área de Tecnologia
Nuclear - Materiais**

**Orientador:
Prof. Dr. Waldemar Alfredo Monteiro**

**São Paulo
2013**

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia associada à Universidade de São Paulo

**CARACTERIZAÇÃO DA LIGA DE NÍQUEL 600 COM ESTRUTURA ULTRAFINA
PROCESSADA PELA TÉCNICA DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA INTENSA (DPI)**

SILVIO LUIZ VENTAVELE DA SILVA

**Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área de Tecnologia
Nuclear - Materiais**

**Orientador:
Prof. Dr. Waldemar Alfredo Monteiro**

Versão Corrigida
Versão Original disponível no IPEN

São Paulo
2013

***À minha família e em especial aos meus
pais Conceição Aparecida e Silvio Luiz.***

AGRADECIMENTOS

A Deus por todas as oportunidades e por ter me dado uma família que sempre me apoiou.

Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares pela oportunidade de desenvolver este trabalho.

À Comissão Nacional de Energia Nuclear (CNEN) pela bolsa concedida.

Ao Prof. Dr. Waldemar Alfredo Monteiro pela oportunidade, amizade, confiança, compreensão, orientação e pelo incentivo durante o desenvolvimento deste trabalho.

À técnica Maria Liuba Lucianencov Crespo, do Laboratório de Caracterização e Processamento de Materiais da Universidade Presbiteriana Mackenzie, pela realização da análise química.

À Escola SENAI Frederico Jacob pela oportunidade de usinagem das amostras, em especial ao meu pai Silvio Luiz e ao Sr. Clair.

Ao Nildemar A. M. Ferreira e Larissa Otubo do Centro de Ciências e Tecnologia de Materiais (CCTM) pela aquisição das imagens de microscopia eletrônica de transmissão.

Aos funcionários dos laboratórios do CCTM, em especial ao Mariano Castagnet, Luis Carlos Elias da Silva, Glauson A. F. Machado e Rene R. de Oliveira, pela amizade e apoio técnico.

Aos técnicos do Laboratório de Fenômenos de Superfície do Departamento de Engenharia Mecânica da Escola Politécnica da USP (LFS-EPUSP), por disponibilizar o microdurômetro.

Aos meus pais pela inestimável ajuda, compreensão e paciência.

A minha irmã pela paciência e valiosa ajuda.

A todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

“Que os vossos esforços desafiem as impossibilidades, lembrai-vos de que as grandes coisas do homem foram conquistadas do que parecia impossível”.

Charles Chaplin

CARACTERIZAÇÃO DA LIGA DE NÍQUEL 600 COM ESTRUTURA ULTRAFINA PROCESSADA PELA TÉCNICA DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA INTENSA (DPI)

Silvio Luiz Ventavele da Silva

RESUMO

As ligas à base de níquel de alta resistência são utilizadas em uma infinidade de sistemas avançados, onde baixo peso e sistemas de transmissão mecânica de alta densidade de energia são necessários. Componentes, tais como, engrenagens, rolamentos e eixos poderiam ser consideravelmente menor e mais durável se uma grande melhoria em propriedades mecânicas de ligas à base de níquel for alcançada. Um refinamento significativo no tamanho de grão (incluindo nível nano) é um método promissor para a obtenção de melhorias fundamentais nas propriedades mecânicas. O tamanho de grão é conhecido por ter um efeito significativo sobre o comportamento mecânico dos materiais. Um dos métodos mais favoráveis de alcançar refinamento de grão extremo é submetendo os materiais à deformação plástica intensa. As principais variáveis microestruturais nas superligas são a quantidade de precipitados e sua morfologia, o tamanho e a forma do grão e a distribuição de carbonetos (Cr_7C_3 e Cr_{23}C_6) que poderão reduzir propriedades mecânicas da liga. Neste trabalho é apresentada análise por microscopia óptica e eletrônica de transmissão e também os dados de dureza após deformação plástica intensa (tensão de cisalhamento puro) e alguns tratamentos térmicos.

CHARACTERIZATION OF NICKEL ALLOY 600 WITH ULTRAFINE STRUCTURE PROCESSED BY SEVERE PLASTIC DEFORMATION (SPD)

Silvio Luiz Ventavele da Silva

ABSTRACT

High strength nickel based alloys are used in a multitude of advanced systems where lightweight, high power density mechanical power transmission systems are required. Components such as gears, bearings and shafts could be made significantly smaller and more durable if a major improvement in nickel based alloy mechanical properties could be achieved. A significant refinement in grain size (includes nano level) is thought to be a promising method for achieving fundamental improvements in mechanical properties. Grain size is known to have a significant effect on the mechanical behavior of materials. One of the most favorable methods of achieving extreme grain refinement is by subjecting the materials to severe plastic deformation. The principal microstructural variations in superalloys are the precipitation amount and morphology, grain size and the distribution of carbide precipitation (Cr_7C_3 and Cr_{23}C_6) that could reduce the mechanical properties of the alloys. This work shows optical and transmission electron microscopy analysis and also hardness data after severe plastic deformation (pure shear stress) and some thermal treatments.

SUMÁRIO

	Página
1 INTRODUÇÃO	08
2 OBJETIVOS	11
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	12
3.1 Superligas à base de Níquel	12
3.2 Propriedades dos materiais processados por DPI	15
3.3 Nanoestruturas em metais e ligas após processamento por DPI	20
3.4 Prensagem em Canais Equiangulares (PCE)	21
3.4.1 Fatores experimentais que influenciam PCE	28
3.4.1.1 Influência do ângulo do canal, Φ	28
3.4.1.2 Influência do ângulo de curvatura, ψ	29
3.4.1.3 Influência da velocidade de prensagem	29
3.4.1.4 Influência da temperatura de prensagem	30
3.4.1.5 Influência de uma contrapressão (pressão reversa)	30
3.4.2 Características dos materiais processados por PCE	30
3.4.3 Refinamento de grão em PCE	32
4 MATERIAIS E MÉTODOS	34
4.1 Liga de Níquel 600	35
4.2 Análise química	35
4.3 Prensagem por canais equiangulares	36
4.4 Caracterização microestrutural e mecânica	37
4.4.1 Microscopia óptica (MO)	37
4.4.2 Microscopia eletrônica de transmissão (MET)	38
4.4.3 Microdureza Vickers	38
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	40
5.1 Caracterização da liga de Níquel 600 antes do processamento por PCE..	40
5.2 Caracterização da liga de Níquel 600 após processamento por PCE.....	42
5.2.1 Caracterização da liga por MO e microdureza Vickers após 1 passe.....	42
5.2.2 Caracterização da liga por MO e microdureza Vickers – Rota A	45

5.2.3 Caracterização da liga por MO e microdureza Vickers – Rota B _A	47
5.2.4 Caracterização da liga por MO e microdureza Vickers – Rota B _C	49
5.2.5 Caracterização da liga por MO e microdureza Vickers – Rota C	51
5.3 Microscopia eletrônica de transmissão (MET)	55
6 CONCLUSÕES	62
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	64

1 INTRODUÇÃO

Apesar de as propriedades físicas e mecânicas dos metais serem determinadas por diversos fatores, o tamanho médio de grão do material geralmente desempenha um papel muito importante e muitas vezes é um fator dominante na determinação das propriedades e na aplicação final dos metais. Cabe salientar que o aumento da resistência mecânica com a redução do tamanho de grão tem despertado um interesse cada vez maior na fabricação de materiais com tamanho de grão extremamente pequeno.

Os tamanhos de grão de ligas metálicas comerciais são geralmente fabricados para aplicações específicas, através de tratamentos termomecânicos pré-determinados nos quais as ligas são submetidas a regimes específicos de temperatura e ensaios mecânicos. Contudo, esses processos não podem ser usados para produzir materiais com tamanhos de grão submicrométricos porque há um limite inferior fixo, da ordem de poucos micrometros, que representa essencialmente o tamanho de grão mínimo alcançado utilizando esses procedimentos.

Na prática, métodos convencionais de conformação mecânica, tais como laminação e extrusão, possuem capacidade restrita para produzir materiais com grãos ultrafinos por duas importantes razões: primeiro, há uma limitação na deformação total que pode ser imposta ao material devido à redução nas dimensões da seção transversal das amostras; segundo, as deformações impostas por métodos convencionais são insuficientes para introduzir estrutura ultrafina devido à baixa trabalhabilidade de ligas metálicas em temperatura ambiente e temperaturas relativamente baixas^[1].

Como consequência dessas limitações, surgiu a necessidade de desenvolver técnicas de processamento alternativas, com base na aplicação de deformação plástica intensa (DPI), onde deformações extremamente altas são impostas para fabricação de materiais com tamanho de grão na escala submicrométrica ou nanométrica^[2].

As ligas à base de níquel de alta resistência são utilizadas em uma infinidade de sistemas avançados, onde baixo peso e sistemas de transmissão mecânica de alta densidade de energia são necessários. Componentes, tais como, engrenagens, rolamentos e eixos poderiam ser consideravelmente menor e mais durável se uma grande melhoria em propriedades mecânicas de ligas à base de níquel for alcançada. Um refinamento significativo no tamanho de grão (incluindo nível nano) é um método promissor para a obtenção de melhorias fundamentais nas propriedades mecânicas.

A aplicabilidade das ligas de níquel reside no fato de ter elevado ponto de fusão (1453°C), adequada resistência à corrosão e capacidade de dissolver, de maneira limitada, certo número de elementos metálicos, que servem para reforçar ou melhorar as suas propriedades a corrosão e a altas temperaturas [3-5].

As ligas Níquel-Cromo-Ferro têm sua aplicabilidade baseada na presença de cromo e outros elementos de liga. O cromo é constituinte essencial para conferir resistência à corrosão, estando normalmente presente nestas ligas com teor entre 15 e 30%, os outros elementos presentes estão normalmente em um nível menor, variando entre 3 a 20%, e estão relacionados com o aumento da resistência à deformação em altas temperaturas.

A liga de níquel 600 é uma solução sólida austenítica contendo 76% de níquel, 15% de cromo, 8% de ferro e adições menores de outros elementos. Contendo tão alto teor de níquel, esta liga apresenta baixa solubilidade de carbono, de modo que ao ser exposta a temperaturas entre 540°C e 980°C, o carbono excessivo se precipitará como carbonetos de cromo. Dependendo da temperatura de exposição, estes carbonetos podem aparecer tanto dispersos na matriz e contornos de grão, quanto predominantemente nos contornos de grão. A liga 600 apresenta matriz austenítica, solução sólida, cúbica de face centrada, fase γ (matriz) e várias fases secundárias (carbonetos e precipitados metálicos) [5].

A deformação plástica intensa (DPI) é um método simples e viável para alcançar refinamento de grão de até 100nm em materiais metálicos. No entanto, DPI de qualquer material de alta resistência [6], tal como a liga de níquel 600 por prensagem em canais equiangulares ou torção em elevada pressão é inerentemente difícil devido aos requisitos de ferramental.

Dentre esses métodos, a Prensagem em Canais Equiangulares (PCE), também chamada de Extrusão em Canal Angular (ECAE), é um dos métodos

mais simples de deformação, que em condições ideais ocorre por cisalhamento simples. Essa técnica foi originalmente desenvolvida por Segal e colaboradores, tendo como objetivo introduzir deformação plástica intensa em materiais sem alterar a seção transversal da amostra, sendo possível, portanto, repetir o processo várias vezes para aumentar o nível de deformação imposta ^[7-9].

A motivação para o desenvolvimento deste trabalho residiu no fato de que o níquel e suas ligas são de importância vital na indústria moderna, por sua capacidade de utilização em meios corrosivos, altas temperaturas, altas tensões e as combinações destes fatores. Através da técnica de deformação plástica intensa, espera-se obter materiais em escala nanométrica, pois tais materiais têm demonstrado propriedades extraordinárias tal como um decréscimo nos módulos elásticos, decréscimos das temperaturas de Curie e Debye, difusividade melhorada e melhoria das propriedades magnéticas ^[10,11].

2 OBJETIVOS

Os **objetivos deste trabalho** são processar e obter ligas de níquel 600 com estrutura de grãos ultrafinos (tamanho de grão típico abaixo de um micrometro) e melhorar o entendimento dos mecanismos de processamento e de desenvolvimento de estruturas ultrafinas da liga supracitada por Prensagem em Canais Equiangulares.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Superligas à base de Níquel

As ligas com teor de níquel superior a 30% em peso apresentam alta resistência mecânica, resistência à alta temperatura e à corrosão. Dentre as superligas à base de níquel destaca-se a liga austenítica 76,0%Ni-8,0%Fe-15,5%Cr (liga de níquel 600), empregada em estruturas e componentes que trabalham em meios agressivos, exigindo-se alta qualidade no material empregado [3,4,12].

As ligas de níquel 600 são utilizadas na construção de turbinas de aviões e de termoelétricas, sistemas de refrigeração primários de reatores nucleares do tipo PWR (*Pressurized Water Reactor*) e BWR (*Boiling Water Reactor*), reatores químicos, varetas de elemento combustível nuclear em reatores de pesquisa TREAT (*Transient Reactor Test Facility*), cabos de isolamento mineral para instrumentação nuclear e detectores nucleares “*in-core*” para controle de potência tipo SPND (*Self Powered Neutron Detectors*), entre outras aplicações [13-18].

As superligas são ligas à base de níquel, níquel-ferro e cobalto, geralmente usadas em temperaturas acima de 538°C. O custo da matéria prima afeta o preço final, mas o aspecto predominante é o custo de processamento. Dependendo da aplicação e da composição química, as superligas podem ser forjadas, fundidas ou laminadas e as estruturas fabricadas unidas por soldagem ou brasagem [4].

As superligas à base de níquel, as quais contém mais que 30% de níquel, são materiais largamente utilizados em aplicações que requerem alta resistência mecânica, resistência à temperaturas elevadas e a corrosão, propriedades estas superiores às dos aços inoxidáveis e às dos aços de baixa liga.

As séries de ligas de níquel 600 são ligas austeníticas contendo 72% Ni (no mínimo), 14%-17% Cr e 6%-9% Fe. A presença de pequenas quantidades

de alumínio, titânio, nióbio, molibdênio e tungstênio aumentam a resistência mecânica e a resistência à corrosão^[3,4,12].

O níquel e as ligas de níquel são de importância vital na indústria moderna, por sua capacidade de utilização em meios corrosivos, altas temperaturas, altas tensões e as combinações destes fatores. O níquel é uma base ideal para tais ligas, por apresentar estrutura cúbica de face centrada (CFC), tornando-as dúctil e maleável. O átomo de níquel, próximo de completar o subnível eletrônico 3d, pode receber vários elementos de liga, formando fases estáveis e propiciando o desenvolvimento de ligas especiais. As superligas consistem de uma matriz austenítica cúbica de face centrada (fase γ) e de várias fases secundárias.

As principais fases secundárias são carbonetos do tipo MC, $M_{23}C_6$, M_6C e M_7C_3 (M é o metal presente) e, nas superligas a base de níquel e níquel-ferro, precipitados intermetálicos coerentes CFC do tipo $Ni_3(Al,Ti)$ (fase γ'). As fases σ , μ e de Laves são encontradas em superligas à base de níquel em longos tempos de exposição à temperaturas elevadas^[3,4,19].

Nas superligas à base de níquel, a matriz (fase γ) é uma solução sólida de elementos de liga no níquel e sua resistência mecânica provém do endurecimento por precipitação de carbonetos e de fases intermetálicas γ' na matriz. Dependendo do tipo e da morfologia, os carbonetos estabilizam a estrutura durante a deformação em temperaturas elevadas pela formação de carbonetos em contorno de grão, melhorando as propriedades à fluência^[3,4].

As principais variáveis microestruturais nas superligas são a quantidade de precipitados e sua morfologia, o tamanho e a forma do grão e a distribuição de carbonetos. As superligas reagem com o oxigênio e a oxidação é o principal efeito ambiental. Em temperaturas até 870°C a oxidação é uniforme, mas acima de 900°C as ligas são severamente atacadas pelo oxigênio. O nível de resistência à oxidação em temperaturas abaixo de 980°C é função do teor de cromo, o qual forma um óxido protetor (Cr_2O_3). Acima de 980°C, o cromo e o alumínio, formando óxidos protetores (Al_2O_3 e Cr_2O_3), contribuem de maneira interativa na proteção contra a oxidação. As superligas fundidas em vácuo apresentam baixos teores de O_2 e N_2 intersticiais, reduzindo o nível de impurezas, escórias e inclusões formadas pela combinação destes gases com os metais

reativos: alumínio e titânio. As superligas à base de níquel fundidas ao ar possuem menor tensão de ruptura e principalmente menor alongamento, comparado às fundidas em vácuo.

Os mecanismos de endurecimento da liga de níquel 600, a temperaturas elevadas são por solução sólida com os metais refratários solúveis (molibdênio e tungstênio), pela dispersão de carbonetos (predominantemente CFC: Cr_7C_3 e Cr_{23}C_6) e pelos precipitados intermetálicos coerentes CFC tipo $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$, fase γ' , descritos a seguir [20-22].

Endurecimento por Solução Sólida: grandes adições de cromo, molibdênio e tungstênio e pequenas adições de tântalo, zircônio, nióbio e boro produzem o endurecimento por solução sólida nas superligas. As superligas endurecidas por solução sólida são estáveis a altas temperaturas e conseqüentemente resistentes à fluência, não apresentando efeitos metalúrgicos catastróficos. Existem dois tipos de solução sólida: intersticial e substitucional. A introdução de átomos de soluto em solução sólida numa rede de átomos solventes produz um aumento na resistência mecânica do material. O endurecimento da liga varia diretamente com a distorção do parâmetro de rede, além da valência relativa do soluto e do solvente. Uma das razões para o endurecimento da superliga é a mudança no mecanismo de encruamento (largura da discordância, interação, arranjo, densidade etc). As interações diretas entre os átomos de soluto e as discordâncias são responsáveis pelos mecanismos de endurecimento por solução sólida e podem ser divididos em dois grupos: ancoramento de discordâncias e interação de discordâncias.

Dispersão de Carbonetos: todas as superligas contêm pequenas quantidades de carbono que se combina com os elementos de liga, produzindo-se uma rede de precipitados finos e estáveis nos contornos de grão. Os carbonetos comportam-se como barreiras, interferindo no movimento das discordâncias. Os possíveis carbonetos presentes nas superligas são o TiC , BC , ZrC , TaC , Cr_7C_3 , Cr_{23}C_6 , Mo_6C , W_6C e outros carbonetos complexos. Nestes sistemas, o endurecimento tem origem nas interações das discordâncias com os carbonetos ou com a fase dispersa. Esta interação depende das dimensões do precipitado, da sua resistência, do espaçamento e da fração presente.

Precipitação de Fases Intermetálicas: as superligas de níquel e níquel-ferro, as quais contêm alumínio e titânio, formam precipitados finos coerentes γ [$\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$] dispersos na matriz durante o envelhecimento da superliga. Estes precipitados γ elevam a resistência mecânica e a resistência à fluência da superliga, mesmo em altas temperaturas.

3.2 Propriedades dos materiais processados por DPI

Os materiais com tamanhos de grão pequeno têm atraído a atenção de cientistas e engenheiros de materiais desde o trabalho pioneiro de Hall e Petch^[23].

Os métodos de refinamento de grão em metais e ligas estão entre os maiores avanços em metalurgia física^[24].

O processamento termomecânico é utilizado na prática industrial convencional para alcançar substancial refinamento de grãos em materiais metálicos massivos. No entanto, os menores tamanhos de grão obtidos desta forma são da ordem de alguns micrometros e, geralmente, não é possível atingir tamanhos de grão submicrométrico ou nanométrico. Uma alternativa consiste em processar as amostras de metal por meio da aplicação de deformação plástica intensa (DPI)^[25].

O processamento por DPI pode ser definido como aquele em que uma deformação muito elevada é imposta a um sólido massivo, sem a introdução de qualquer alteração significativa nas dimensões globais do sólido e que conduz à produção de excepcional refinamento de grão^[1].

Nas duas últimas décadas, tem sido demonstrada de forma convincente que a nanoestrutura é uma maneira eficaz de aprimorar as propriedades dos metais e ligas para aplicações estruturais e funcionais avançadas. Verificou-se que os materiais metálicos massivos nanoestruturados podem ser produzidos com sucesso por meio de refinamento da microestrutura através de DPI^[26].

Há diversas técnicas disponíveis atualmente para produzir deformações plásticas intensas. Contudo, desde o início dos trabalhos pioneiros na fabricação de materiais massivos, utilizando DPI, dois métodos tem atraído uma atenção especial, a saber, deformação plástica intensa por torção, que é frequentemente chamada de torção em alta pressão (do inglês, HTP – *High Pressure Torsion*) e prensagem em canais equiangulares (PCE)^[26,27]. Novos

métodos DPI são também conhecidos, tais como laminação acumulativa (do inglês, ARB – *Accumulative Roll Bonding*) e forjamento em múltiplos estágios (do inglês, *Multiple Forging*). No entanto, HTP e PCE são os métodos mais populares de refinamento de grão da microestrutura de materiais metálicos [26].

A prensagem em canais equiangulares produz refinamento de grão muito significativo e tamanhos de grão que não são facilmente obtidos através de outros métodos e, em circunstâncias especiais, ela é capaz de produzir tamanhos de grão na faixa submicrométrica de aproximadamente 400 a 800 nm [25, 28].

Os materiais produzidos desta forma são livres de porosidade e contaminação e geralmente são denominados materiais ultrafinamente estruturados (UFE) [25,29].

A estrutura de grãos finos resultante proporciona um aumento significativo na resistência em temperaturas baixas e na ductilidade em altas temperaturas [24].

Além do grande aumento em resistência mecânica e tenacidade, mudanças importantes têm sido observadas em propriedades físicas de materiais ultrafinamente estruturados quando comparados com os equivalentes materiais de grãos grosseiros.

Os materiais massivos UFE podem ser utilizados como materiais super-resistentes, materiais metálicos inteligentes e materiais superplásticos. Em aplicações, os nanomateriais são promissores para o desenvolvimento de sistemas de microeletrônica, informática e micro eletromecânicos [30].

A fabricação de amostras e tarugos massivos utilizando PCE foi um primeiro passo fundamental para iniciar as investigações sobre as propriedades dos materiais UFE e nanomateriais, pois o uso do processamento PCE tem permitido e, posteriormente, favorecido uma série de estudos sistemáticos com vários materiais metálicos nanoestruturados, incluindo ligas comerciais [1].

Alguns estudos mostraram que apesar de materiais nanocristalinos demonstrarem alta resistência ou dureza, eles possuem baixa ductilidade ou mesmo alta fragilidade, produzindo problemas para aplicações estruturais [11]. Uma tendência semelhante é bem conhecida para os metais submetidos à deformação intensa por outros processos, tais como laminação, extrusão e estampagem [1].

Materiais que possuem elevada resistência exibem geralmente baixa ductilidade independentemente do fato de a sua resistência ser alcançada através de diferenças de composição, processamento termomecânico, transformações de fase ou de outros métodos ^[31].

Resistência e ductilidade são propriedades mecânicas fundamentais de qualquer material, mas tipicamente, estas propriedades têm características opostas. Assim, os materiais podem ser resistentes ou dúcteis, mas raramente ambos.

A razão para essa dicotomia é de natureza fundamental. O mecanismo de deformação plástica associado com a geração e movimentação de discordâncias pode não ser ativado em materiais nanoestruturados ^[1,11].

Alta resistência e boa ductilidade são, portanto, uma combinação muito atraente para aplicações estruturais avançadas. O procedimento exato para alcançar essas boas propriedades mecânicas ainda não está compreendido, embora seja geralmente reconhecido que o comportamento mecânico dos materiais nanoestruturados é determinado pelos mecanismos de deformação e estes, por sua vez, são controlados pela natureza das microestruturas ^[31].

A maioria dos materiais nanoestruturados processados por técnicas DPI têm uma ductilidade relativamente baixa, mas, geralmente demonstram maior resistência do que os seus equivalentes de grãos grosseiros. Apesar desta limitação, é importante notar que o processamento por DPI leva a uma redução na ductilidade que é geralmente menor do que nas técnicas de processamento de deformação convencionais (laminação, estampagem e extrusão) ^[1,31].

A ductilidade limitada pode ter consequências significativas, pois pode dificultar ou até mesmo impedir o uso de metal UFE em aplicações industriais. Assim sendo, tem havido muitas tentativas para desenvolver procedimentos que proporcionam a capacidade de atingir, ao mesmo tempo, alta resistência e um nível razoável de ductilidade ^[25].

Horita e colaboradores conduziram experimentos para comparar a resistência e ductilidade da liga de alumínio 3004 processada por PCE e laminação a frio. Eles mostraram que a resistência ao escoamento aumentou uniformemente com o aumento da tensão equivalente transmitida para a liga por laminação a frio ou PCE. Entretanto, a ductilidade global apresentou tendências diferentes para os dois métodos de processamento. Após um passe por PCE

(equivalente a uma deformação de 1), a ductilidade da liga diminuiu de ~ 32% para ~ 14%. Contudo, não houve qualquer redução adicional na ductilidade com os passes subsequentes e, portanto, com a imposição de deformações ainda maiores. Já, a laminação a frio diminuiu a ductilidade por uma magnitude semelhante inicialmente, mas, subsequentemente a ductilidade continuou a diminuir com o aumento da deformação por laminação, embora a uma taxa mais lenta. Consequentemente, o processamento por PCE conduz a uma maior retenção de ductilidade do que a laminação a frio ^[31].

Entretanto, estudos recentes mostraram que cobre nanoestruturado processado por DPI pode conduzir a uma combinação única de alta resistência e ductilidade ^[11].

No primeiro estudo, cobre de alta pureza (99,996%) foi processado à temperatura ambiente por PCE utilizando a rota B_C. A resistência e a ductilidade foram medidas por ensaios de tração uniaxial. As amostras de Cu testadas à temperatura ambiente estavam na condição inicial de grãos grosseiros e em três estados processados.

As amostras na condição inicial de grãos grosseiros, com tamanho de grão de cerca de 30µm, apresentaram tensão de escoamento tipicamente baixa com endurecimento por deformação significativo e um grande alongamento percentual na fratura. Ao mesmo tempo, a laminação a frio do cobre com 60% de redução de espessura aumentou significativamente a resistência, mas diminuiu drasticamente o alongamento percentual na fratura. Este resultado é consistente com o comportamento mecânico clássico de metais que são deformados plasticamente.

A mesma tendência é verdadeira para cobre submetido a dois passes por PCE. No entanto, a maior deformação do cobre submetido a 16 passes por PCE aumentou simultaneamente a resistência e a ductilidade. Além disso, o aumento da ductilidade foi muito mais significativo do que o aumento relativamente menor da resistência.

Os dados para o cobre processado por PCE demonstraram claramente um aumento da resistência bem como da ductilidade com a deformação acumulada devido ao aumento do número de passes de 2 para 16. Este é um resultado muito surpreendente que, no momento da investigação, no ano de 2002, nunca tinha sido observado em metais processados por deformação

plástica. Conseqüentemente, o efeito foi denominado “paradoxo da resistência e ductilidade em metais processados por DPI”.

Nos últimos anos, tendências semelhantes têm sido relatadas para alguns metais, incluindo Al, Cu, Ni e Ti, após o processamento por várias técnicas de deformação plástica intensa, tais como PCE, HTP e ARB. Relativamente à origem deste fenômeno foi sugerido que está associado com um aumento da fração de contornos de grão de alto ângulo com o aumento da deformação e com a conseqüente alteração dos mecanismos de deformação dominantes devido ao aumento da tendência para a ocorrência de escorregamento de contornos de grão e rotação de grãos em baixas temperaturas^[1].

O escorregamento de contornos de grão é um processo difusional e geralmente ocorre em altas temperaturas. Uma possível explicação é que, em materiais produzidos via DPI, a difusão é mais rápida devido à presença de uma elevada fração de contornos de grão de não equilíbrio. Assim, o escorregamento destes contornos de grão é facilitado nestes materiais e desenvolve durante a deformação, mesmo em temperaturas baixas, aumento na ductilidade^[11].

Outra abordagem para o problema do aumento de ductilidade foi sugerida por Wang e colaboradores. Eles produziram cobre nanocristalino através de uma combinação de PCE e laminação em baixas temperaturas e subsequente recozimento em torno de 177°C. O resultado foi uma estrutura bimodal de tamanho de grão (com uma fração de volume de aproximadamente 25%) em uma matriz de grãos nanocristalinos. O material mostrou alta ductilidade, mas também reteve a sua elevada resistência. A razão para este comportamento é que, enquanto os grãos nanocristalinos proporcionam maior resistência, os grãos grosseiros estabilizam a tensão de deformação do material^[11].

Em conclusão, os resultados mostram que o refinamento de grão por PCE pode levar a uma combinação única de resistência e ductilidade em materiais metálicos. Tais propriedades mecânicas superiores são altamente desejáveis no desenvolvimento de materiais estruturais avançados para a próxima geração. Contudo, a obtenção dessas propriedades está relacionada com a fabricação de microestruturas específicas que, por sua vez, são determinadas por regimes de processamento precisos e pela natureza de quaisquer outros tratamentos. Em geral, qualquer refinamento microestrutural por deformação plástica intensa vai conduzir a um endurecimento do material e a

formação de estruturas UFE específicas parece ser uma condição necessária para o desenvolvimento de novos e viáveis materiais estruturais ^[1].

Além das propriedades mecânicas, como alta resistência e boa ductilidade, outro ponto importante é verificar se existe ou não desvio do comportamento frente à relação de *Hall-Petch* ^[9]:

$$\sigma = \sigma_0 + k \cdot d^{-1/2} \quad (1)$$

onde: σ é a tensão de escoamento, σ_0 é a tensão de atrito que se opõe ao movimento das discordâncias, k é a constante que representa uma medida da extensão do empilhamento de discordâncias nos contornos e d é o diâmetro médio do grão ^[20].

Essa relação muitas vezes não é válida na faixa de grãos nanométricos (20-100nm); a curva de Hall-Petch desvia-se da tendência linear e sua inclinação com frequência torna-se negativa. Este problema tem sido objeto de análise aprofundada nos últimos anos em estudos experimentais e teóricos.

Ao mesmo tempo, como regra, a equação de Hall-Petch é aplicável a materiais UFE com tamanho médio de grão de 100-1000nm, que são comumente produzidos pelos métodos de deformação plástica intensa. Além disso, foi descoberto recentemente que algumas ligas UFE podem ter resistências maiores do que aquelas calculadas a partir da equação de Hall-Petch para a faixa de grãos ultrafinos.

A natureza desta super-resistência pode resultar do tamanho de grão e outras características da nanoestrutura (subestruturas de discordâncias, partículas de segunda fase, segregações, nanomaclas, entre outros), que podem ser frequentemente observados em metais e ligas UFE produzidos por DPI ^[26].

3.3 Nanoestruturas em metais e ligas após processamento por DPI ^[26]

Apesar de a estrutura nanocristalina com tamanho de grão inferior a 100nm possa ser formada em algumas ligas por HTP e PCE comumente as estruturas UFE tem tamanho médio de grão na faixa submicrométrica: 100-500nm. Além disso, a deformação plástica intensa resulta em outras particularidades estruturais, tais como discordâncias aprisionadas ao contorno de

grão, nanomaclas, segregações e precipitações no contorno de grão, o que pode afetar fortemente as propriedades dos materiais. Deformação e subsequente tratamento térmico podem ter efeitos adicionais sobre a estrutura e, portanto, propriedades do material; o tratamento é muitas vezes usado para produzir lingotes em forma de barras, fios e folhas.

Os contornos de grão de não equilíbrio que contêm um excesso de densidade de discordâncias aprisionadas ao contorno de grão são típicos de muitos materiais UFE produzidos pelos métodos DPI.

As nanomaclas, os defeitos cristalinos e as células intragranulares são típicos de materiais submetidos à PCE em temperaturas relativamente baixas e/ou materiais UFE submetidos a adicional laminação a frio ou extrusão. Estes elementos da estrutura fina afetam fortemente a resistência do material.

Os resultados de estudos recentes confirmam a formação de segregações de elementos de liga nos contornos de grão nas ligas UFE submetidas a DPI. Quando o tamanho de grão é menor ou igual a 100nm, um forte efeito de segregações nos contornos de grão pode favorecer o aumento adicional de resistência. Liddicoat e colaboradores mostraram que as segregações formam aglomerados compreendidos entre 3 e 5 nm de largura, que podem ter efeito pronunciado sobre o processo de nucleação e emissão de discordâncias e levam à resistência adicional das ligas.

Em muitas ligas submetidas a DPI, após endurecimento por solução sólida, aparecem partículas nanométricas. A presença dessas nanopartículas é devido ao envelhecimento dinâmico e favorece o adicional endurecimento por precipitação das ligas.

Assim, metais e ligas UFE produzidos por métodos DPI são caracterizados por uma série de peculiaridades nanoestruturais, que podem afetar fortemente o seu comportamento. É por isso que esses materiais são classificados como “materiais massivos nanoestruturados”.

3.4 Prensagem em Canais Equiangulares (PCE)

O processo de prensagem em canais equiangulares (PCE), também conhecido como extrusão em canal angular (ECAE) foi introduzido por Segal e colaboradores, nas décadas de 1970 e 1980, no Instituto Minsk, na União Soviética. O objetivo inicial da técnica era o desenvolvimento do processo de

conformação para metais onde fosse possível aplicar deformações elevadas por cisalhamento simples.

Embora alcançado o objetivo, o desenvolvimento da técnica recebeu atenção limitada da comunidade científica. Esta situação mudou na década de 1990, quando informações e avaliações acerca do potencial da PCE para produzir materiais com granulação ultrafina com propriedades novas e singulares começaram a ser documentadas ^[1]. A aplicabilidade da PCE a produção de materiais UFE foi demonstrada por Valiev e colaboradores ^[2].

A prensagem em canais equiangulares é atualmente uma das técnicas mais promissoras para a produção de materiais massivos nanoestruturados ou materiais ultrafinamente estruturados (tamanho de grão na faixa de 100–1000 nm) para aplicações estruturais.

O processo recebeu atenção considerável nos últimos anos, devido ao advento da nanotecnologia, e continua a receber a atenção da comunidade científica devido ao seu futuro potencial industrial ^[32].

Essa técnica de processamento é especialmente atraente por diversas razões. Primeiro, ela pode ser aplicada para lingotes razoavelmente grandes de maneira que há potencial para produção de materiais que podem ser utilizados em uma vasta gama de aplicações estruturais. Segundo, é um processo relativamente simples que pode ser realizado em uma vasta gama de ligas e, exceto apenas pela construção da matriz, o processamento por PCE usa equipamento que está disponível na maioria dos laboratórios. Terceiro, a PCE pode ser desenvolvida e aplicada a materiais com diferentes estruturas cristalinas e com muitos materiais desde ligas endurecíveis por precipitação de intermetálicos e compósitos com matriz metálica ^[27].

O princípio de extrusão por PCE está ilustrado esquematicamente (FIG. 1). A matriz é construída com dois canais sequenciais, que se interceptam em um ângulo Φ (geralmente, $60^\circ < \Phi < 135^\circ$, e frequentemente, $\Phi = 90^\circ$ ou 120°) e há também um ângulo adicional, ψ , que define o arco de curvatura da junção ou “cotovelo”. Imediatamente antes da deformação, os canais e o tarugo são lubrificados. A amostra teste, na forma cilíndrica ou uma barra com seção quadrada, é encaixada dentro do canal e pressionada através da matriz por uma carga P utilizando um punção. Após o processo de extrusão, o punção é retirado e o tarugo deformado é removido do segundo canal ^[1,9,32,33].

A pressão no punção e a carga dependem das características do material, do atrito, da geometria da matriz e da forma do tarugo ^[34].

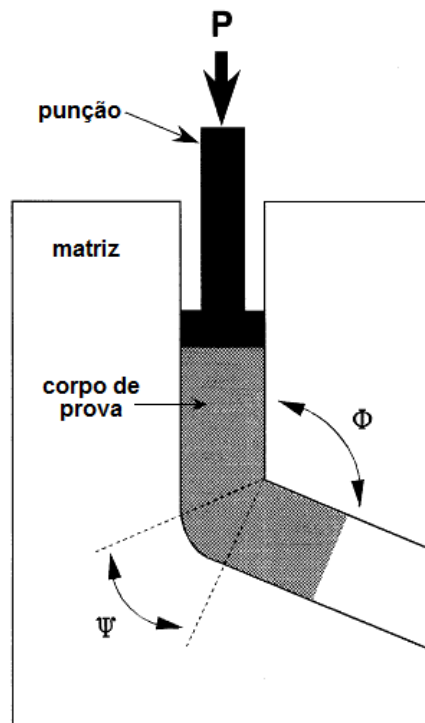


FIGURA 1 – Princípio de extrusão por PCE apresentando os ângulos Φ e ψ

O atrito é um parâmetro importante que afeta o comportamento da deformação global, a distribuição da deformação e a carga exigida em um processo PCE ^[35].

A compreensão do comportamento do atrito não é um problema trivial e algum atrito é observado mesmo para os melhores lubrificantes. Além disso, o comportamento do atrito não é idêntico em ambos os canais. É especialmente difícil fornecer baixo atrito ao longo da parede inferior do segundo canal por causa da alta pressão normal e da remoção do lubrificante durante a extrusão ^[34].

Dumoulin e colaboradores mostraram que o atrito influencia a homogeneidade da deformação e Segal revelou que o comportamento da deformação varia de acordo com as propriedades do material ^[36].

O processo pode ser repetidamente realizado na mesma ferramenta com diversas alternativas e, desta forma, a intensidade de deformação total será N (número de passes) vezes uma única deformação de cisalhamento. O grau de

deformação em cisalhamento puro, γ , é calculado pela expressão desenvolvida por Iwahashi ^[37]:

$$\gamma = 2 \cot \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \quad (2)$$

Segal notou que a repetitividade do processo permite desenvolver microestruturas diferenciadas girando a amostra entre passes consecutivos, modificando deste modo os planos e as direções de cisalhamento ^[38].

Na FIG. 2 estão ilustradas as quatro rotas básicas de processamento, onde as rotações da amostra entre passes consecutivos são 0°, para a rota A; 90°, para a rota B, e 180°, para a rota C. A rota B é ainda dividida em rotas B_A e B_C, com rotações de 90° em sentidos opostos alternados ou no mesmo sentido, após cada passe, respectivamente.

A utilização dessas rotas resulta em um aumento nos valores de tensão de escoamento e resistência do material processado, que após vários passes alcança saturação ^[9]. Várias combinações destas rotas são também possíveis, mas na prática, a evidência experimental sugere que estas combinações mais complexas não conduzem a nenhuma melhoria adicional nas propriedades mecânicas dos materiais processados ^[1].

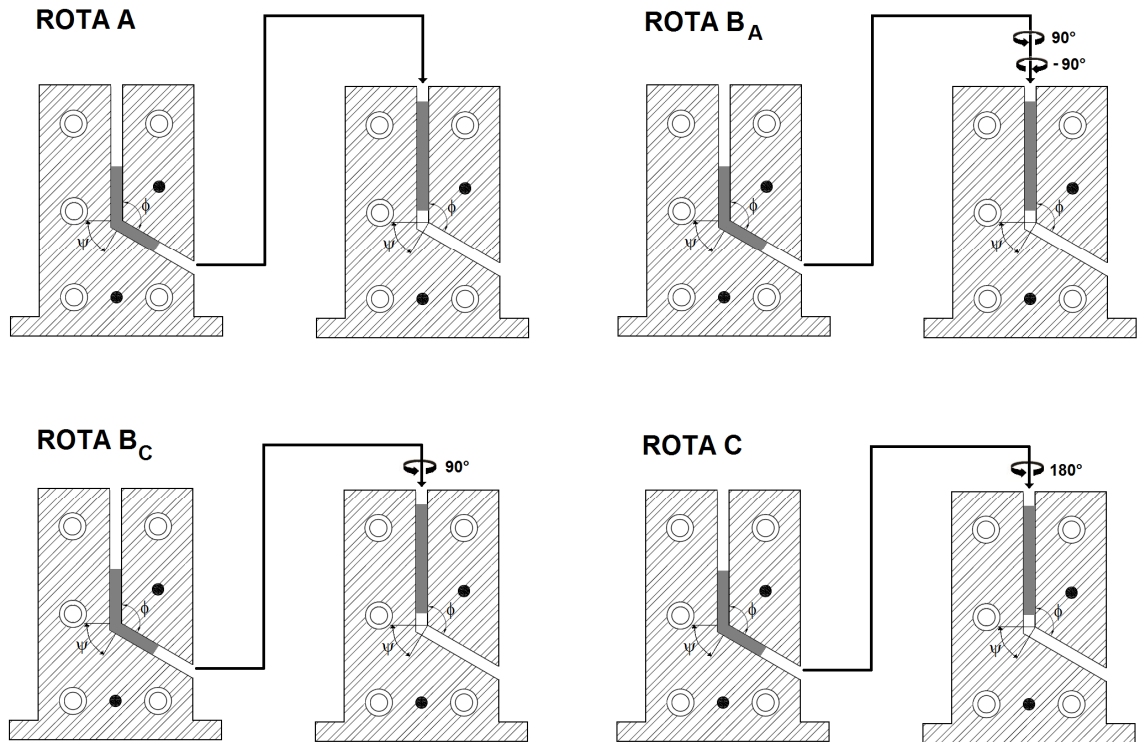


FIGURA 2 – Rotas de processamento por PCE

A distinção entre estas rotas é importante porque as diversas rotas introduzem diferentes planos de cisalhamento para as amostras, que conduz a variações tanto nas distorções macroscópicas dos grãos individuais em materiais policristalinos quanto na capacidade de desenvolver uma microestrutura de grãos ultrafinos razoavelmente homogêneos e equiaxiais [39].

A FIG. 3 mostra os planos de cisalhamento ativados durante o processamento PCE para cada rota mencionada em matrizes com ângulos entre canais de 90° e 120° [40].

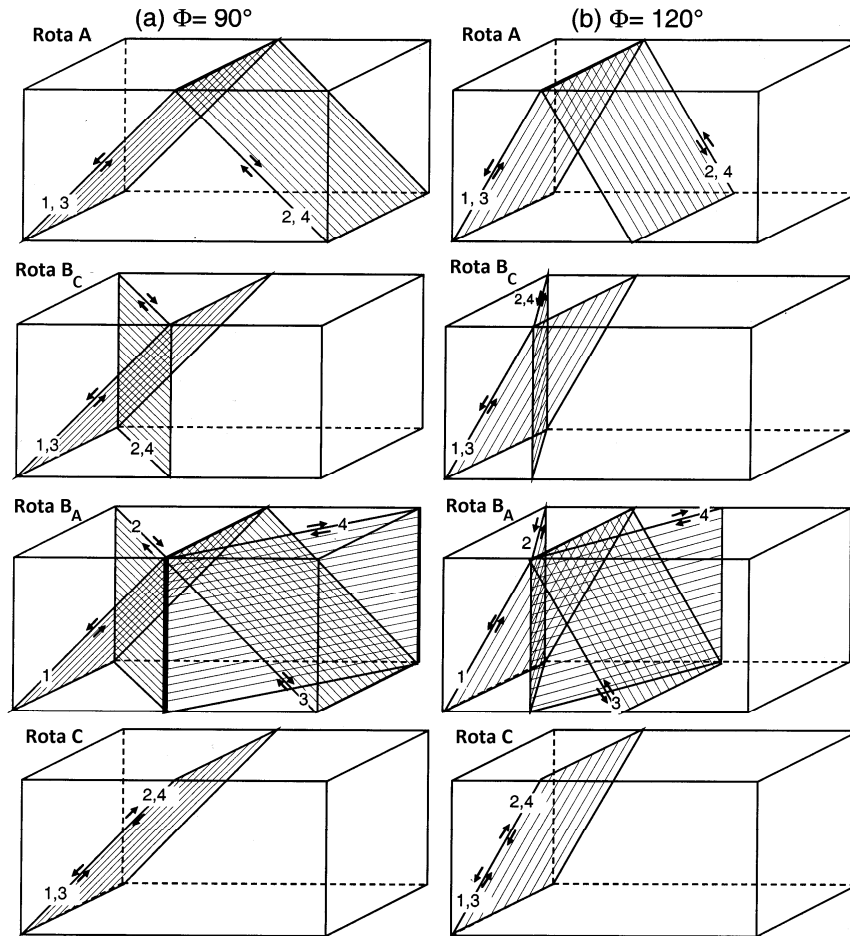


FIGURA 3 – Planos de cisalhamento para cada rota de processamento por PCE em matrizes com ângulos entre canais de 90° e 120° [40].

Na rota C, o cisalhamento é imposto ao material sobre o mesmo plano em cada passe consecutivo, mas a direção de cisalhamento é invertida a cada passe. Assim, a rota C, é um processo de deformação redundante e o retorno microestrutural à configuração inicial ocorre após cada passe de número par.

Da mesma forma, a rota B_C também é um processo de deformação redundante porque o deslizamento ocorrido no primeiro passe é anulado pelo deslizamento no terceiro passe, e o quarto passe anula o deslizamento no segundo passe.

Por outro lado, as rotas A e B_A não apresentam deformações redundantes. Para a rota A, há dois planos cisalhantes que se interceptam a um ângulo de 90° e são responsáveis pela deformação plástica do material. Para a rota B_A , há quatro planos de cisalhamento interceptados a 120° para atribuir deformações permanentes à amostra [1].

As diferentes modalidades de extrusão influenciam o tamanho de grão e a homogeneidade de deformação. De acordo com Langdon e colaboradores ^[41] a rota de processamento B_C é preferível em relação às demais para alcançar uma microestrutura homogênea em metais CFC e HC.

O tamanho final dos grãos produzidos por PCE depende do material em estudo e das características de processamento, mas para metais puros é tipicamente de 200 - 300nm.

O tamanho e a forma dos grãos ultrafinos são importantes, mas não as únicas características da estrutura de metais processados por DPI. Entre outras características, especial ênfase deve ser dada a textura cristalográfica e à presença de elevadas tensões internas provocadas por elevada densidade de discordâncias no interior dos grãos e nos seus contornos. A formação de contornos de grão de não equilíbrio que contêm numerosas discordâncias nos contornos de grão é uma consequência imediata da deformação intensa, mas pode ser controlada por recozimento subsequente ou tratamentos termomecânicos especiais, ou ambos ^[11].

O refino microestrutural e a melhoria das propriedades mecânicas são duas importantes consequências, constituindo-se a PCE um processo potencialmente capaz de aumentar ao mesmo tempo a resistência mecânica e a ductilidade, via redução do tamanho de grão. Os fatores que determinam o sucesso do processo PCE são a magnitude de deformação, a distribuição da deformação e a temperatura. Os dois primeiros são afetados pelo número de passes, ângulo do cotovelo, número e natureza da rotação entre passes, intensidade das forças de atrito etc. O valor da deformação e o grau de heterogeneidade podem ser avaliados via modelagem do processo PCE por meio da técnica de elementos finitos.

Estudos realizados com diferentes materiais utilizando amostras de tamanhos diferentes indicaram resultados idênticos em relação ao tamanho de grão e à tensão de escoamento, indicando que os fenômenos de deformação que acontecem durante o processo PCE são independentes do tamanho da amostra indicando grande possibilidade da utilização desta técnica em escala industrial ^[42].

Os estudos atuais concentram-se na determinação da evolução microestrutural resultante da extrusão ^[8,43], na influência da rotação das amostras

entre um e outro passe e nas consequências da deformação aplicada sobre as propriedades mecânicas e a resistência à propagação de trincas.

Outras investigações tratam do efeito de recozimentos de recristalização ou deformação em alta temperatura sobre as propriedades mecânicas, a microestrutura e textura, além de tamanho e estabilidade da estrutura de grãos e cinética de precipitação de segundas fases [44-46].

Até o presente momento estudos com a liga de níquel 600 e deformação plástica intensa por PCE ainda não foram relatados na literatura.

3.4.1 Fatores experimentais que influenciam PCE [1]

Quando os materiais são processados usando PCE, vários fatores influenciam a trabalhabilidade e as características microestruturais dos tarugos prensados. Esses fatores se dividem em três grupos distintos.

Primeiro, existem fatores associados diretamente com a facilidade experimental da técnica, tais como os valores dos ângulos de intersecção entre os canais e de curvatura da junção.

Segundo, existem fatores experimentais relacionados com os regimes de processamento em que algum controle pode ser exercido pelo experimentalista, incluindo, por exemplo, a velocidade de prensagem, a temperatura da operação de prensagem e a presença ou ausência de uma contrapressão (pressão reversa).

Terceiro, existem outros fatores de processamento que podem desempenhar um papel na influência do alcance de refinamento de grão e na homogeneidade da microestrutura processada, incluindo a natureza da textura cristalográfica e a distribuição de desorientação entre os grãos no material não processado.

Essas características microestruturais e outros fatores de processamento determinados pelo operador, incluindo a rota de processamento (A, B_A, B_C ou C) e o número total de passes, são considerados separadamente.

3.4.1.1 Influência do ângulo do canal, Φ

O ângulo do canal, Φ , é o fator experimental mais significativo, uma vez que determina a deformação total aplicada em cada passe e, portanto, tem uma influência direta sobre a natureza da microestrutura processada [1].

De acordo com a literatura ^[6], o ângulo do canal de 90° representa a configuração ideal para uma matriz PCE. Experiências em alumínio puro realizadas em quatro matrizes com ângulos do canal de 90°, 112,5°, 135° e 157,5° mostraram que grãos equiaxiais ultrafinos são conseguidos mais facilmente quando a amostra é submetida a uma deformação plástica muito intensa utilizando a matriz com ângulo do canal de 90°.

Apesar da eficácia das matrizes PCE com ângulos do canal $\Phi = 90^\circ$, é importante reconhecer que é mais fácil experimentalmente a prensagem de tarugos ao utilizar matrizes com ângulos maiores do que 90°. Para alguns materiais muito duros ou com materiais que têm baixa ductilidade, esta pode ser uma consideração importante.

Uma vez que a deformação aplicada em PCE aumenta com a diminuição do ângulo do canal, pode ser vantajoso realizar as prensagens utilizando ângulos menores do que 90°. Contudo, pressões elevadas são necessárias para produzir com sucesso os tarugos, sem a introdução de trincas^[1].

3.4.1.2 Influência do ângulo de curvatura, ψ ^[1]

O ângulo de curvatura, ψ , indica o arco exterior onde as duas partes do canal se interceptam no interior da matriz. Este ângulo desempenha um papel secundário na determinação da deformação aplicada à amostra para valores de $\Phi < 90^\circ$. Para valores de $\Phi > 90^\circ$, as deformações são independentes do ângulo ψ .

3.4.1.3 Influência da velocidade de prensagem ^[1]

O processamento por PCE é geralmente conduzido utilizando prensas hidráulicas de alta capacidade que operam com velocidades relativamente altas. Tipicamente, as velocidades de prensagem estão na faixa de 1-20 mm.s⁻¹.

A primeira análise detalhada da influência da velocidade de prensagem envolveu a extrusão de alumínio puro e uma liga Al-1%Mg a velocidades de 10⁻² a 10 mm.s⁻¹. Os resultados demonstraram que a velocidade de prensagem não tem influência significativa sobre o tamanho dos grãos ultrafinos formados por PCE, mas, uma vez que a recuperação ocorre mais facilmente com velocidades de prensagem mais baixas, estas produzem microestruturas mais equilibradas.

3.4.1.4 Influência da temperatura de prensagem ^[1]

A temperatura de prensagem é um fator essencial para qualquer utilização da PCE porque pode ser controlada de forma relativamente fácil.

Embora seja mais fácil experimentalmente processar as amostras a temperaturas elevadas, a obtenção de microestruturas ótimas com grãos ultrafinos será atingida quando a prensagem for realizada à temperatura mais baixa possível quando a operação pode ser conduzida sem a introdução de trincas nos tarugos. A manutenção de uma baixa temperatura de prensagem garante a possibilidade de atingir ao mesmo tempo os menores tamanhos de grão possíveis e a maior fração de contornos de alto ângulo.

3.4.1.5 Influência de uma contrapressão (pressão reversa) ^[1]

Nos últimos anos, o uso de uma contrapressão tornou-se uma área de especial interesse, principalmente porque equipamentos para PCE com pressão reversa foram projetados e podem ser utilizados para realizar a operação de processamento com uma contrapressão precisa, que é controlada por computador.

Uma vantagem importante na imposição de uma contrapressão é que ela conduz a uma melhora muito significativa na trabalhabilidade dos tarugos processados.

Outra vantagem da pressão reversa é a melhora visível introduzida na uniformidade do fluxo de metal durante a operação PCE. Durante o processo há um enchimento inadequado (insuficiente) do ângulo exterior da matriz, devido à formação de uma zona morta. A aplicação de uma contrapressão conduz a um enchimento deste ângulo externo e uma consequente remoção da zona morta.

3.4.2 Características dos materiais processados por PCE

A característica mais importante da PCE é a capacidade de alcançar refinamento de grão muito significativo e uniforme em uma ampla variedade de materiais com tamanhos de grão na faixa submicrométrica.

No entanto, as características das microestruturas após a prensagem são influenciadas por diversas variáveis, incluindo a deformação total aplicada no processamento PCE (e, portanto, o número de passes realizado sobre a amostra), a rota de processamento (A, B_A, B_C e C) e a natureza do material

(incluindo a estrutura cristalina, a energia de falha de empilhamento e a taxa de recuperação microestrutural).

Todas essas características interagem de maneiras diferentes, de modo que, quando combinadas com os fatores experimentais, tais como os valores dos ângulos Φ e ψ da matriz, os valores da velocidade e da temperatura de prensagem e a imposição de qualquer contrapressão, há uma multiplicidade de permutações que torna difícil identificar o requisito preciso para conseguir uma microestrutura ótima de grãos ultrafinos ^[1].

As características das microestruturas introduzidas por PCE têm sido avaliadas em numerosas investigações. Entretanto, quase todas essas investigações empregam microscopia eletrônica de transmissão para as determinações dos tamanhos de grão produzidos por PCE e da natureza de todas as interações de discordâncias que ocorrem dentro dos grãos ^[1].

É importante salientar que a determinação do tamanho de grão em materiais processados por DPI utilizando MET é um tanto difícil. Devido ao baixo contraste próximo às discordâncias e contornos de grão nas observações, os contornos de grão não são claramente distinguíveis ^[29].

A seleção do material de teste influencia tanto o tamanho de grão obtido após PCE quanto à homogeneidade da microestrutura. De acordo com a literatura, as microestruturas produzidas por PCE são muitas vezes altamente heterogêneas.

Desde que o processamento PCE envolve a rápida aplicação de uma tensão excepcionalmente elevada em cada passe, a primeira mudança microestrutural associada com a técnica é a introdução de uma elevada densidade de discordâncias na rede cristalina ^[1].

Na verdade, a evolução da microestrutura durante PCE está diretamente ligada a uma complexa evolução das redes de discordâncias, ou seja, a recombinação das discordâncias e fenômenos de aniquilação conduz a modificação da microestrutura para um refinamento de grão rápido e eficaz ^[28].

Contudo, é importante reconhecer que PCE também pode influenciar a microestrutura de outros modos significativos. Por exemplo, a alta pressão envolvida na operação de prensagem pode conduzir à ruptura e fragmentação da rede de precipitados. Além disso, dependendo dos regimes de processamento, PCE pode levar também a dissolução de precipitados e/ou formação de

precipitados e grãos grosseiros. As interações entre esses vários processos dependerá, na prática, da composição da liga e das pressões e temperaturas utilizadas na operação de prensagem. Tal como no processamento por torção em elevada pressão, onde, no entanto, a intensidade da tensão é muito maior, é razoável esperar evidência de formação de estados metaestáveis durante PCE associado com a geração de soluções sólidas supersaturadas, desordenamento ou mesmo amorfização ^[1].

3.4.3 Refinamento de grão em PCE

A consequência mais significativa da prensagem em canais equiangulares é um refinamento muito substancial no tamanho médio de grão após apenas um passe ^[47].

O refinamento de grão no processamento por PCE é um processo de equilíbrio dinâmico da geração, multiplicação e aniquilação de discordâncias. Para o primeiro passe, a velocidade de multiplicação das discordâncias é muito maior do que a de aniquilação, devido à pequena densidade de discordâncias. Dessa forma, os grãos do material podem ser significativamente refinados. Para o processo de prensagem em múltiplos passes, o refinamento de grão continua porque a densidade de discordâncias e a energia interna ainda aumentam ^[30].

O aumento de energia interna até um valor limite depende do método de deformação, da pureza, do tamanho de grão, da temperatura, entre outros. O incremento de energia interna está diretamente relacionado com a quantidade e a característica dos defeitos na rede cristalina, ou seja, a quantidade de energia absorvida pela estrutura em deformação aumenta com a contaminação da matriz, com a redução do tamanho de grão e com a queda da temperatura de deformação.

Como resultado da não homogeneidade de deformação na PCE (planos selecionados e direções de escorregamento) o incremento de energia interna em diversos lugares do material também é diferente. Por exemplo, o valor da energia interna é diferente nos planos de escorregamento, nos contornos e no interior das células. É possível observar energia interna superior também nas proximidades de precipitados, segregações e fases estruturais duras ^[48]. Contudo, o aumento de energia interna provoca os processos de recuperação e recristalização de modo que o refinamento de grão é gradualmente reduzido após

alguns passes de prensagem. Por outro lado, o processo de evolução de refinamento de grão do tarugo é alterado para as diferentes rotas de prensagem.

O processo de refinamento de grão pode ser descrito como recuperação e recristalização dinâmica contínua. Do ponto de vista da análise da microestrutura, o processo de refinamento de grão consiste em controlar o equilíbrio dinâmico da geração e aniquilação das discordâncias. Do ponto de vista da análise de deformação macro, o processo de refinamento de grão consiste em buscar o número adequado de passes e as rotas de processamento ideais ^[30].

4 MATERIAIS E MÉTODOS

O procedimento experimental utilizado neste trabalho está esquematizado no fluxograma mostrado (FIG. 4).

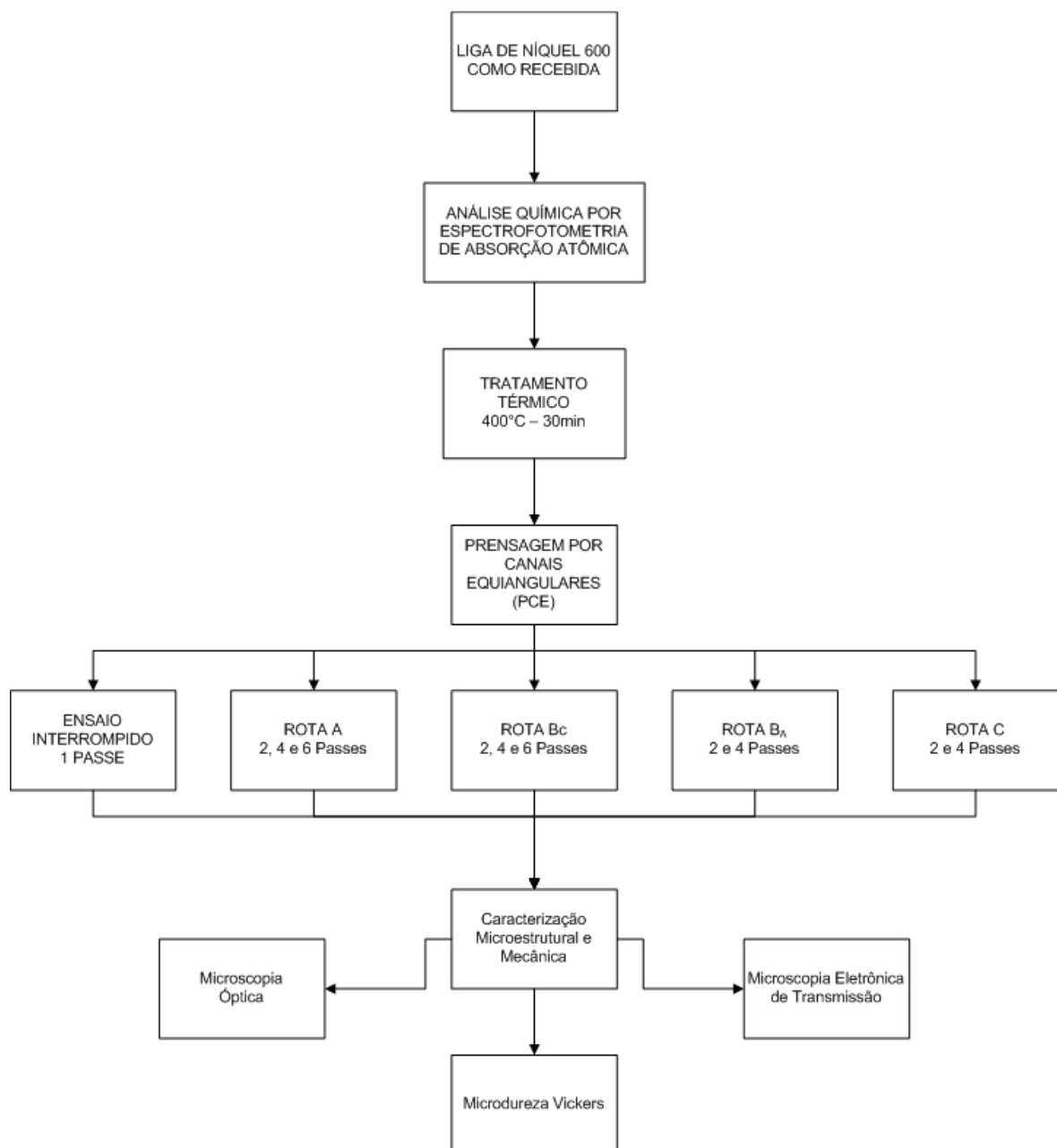


FIGURA 4 – Fluxograma do procedimento experimental

4.1 Liga de Níquel 600

O material que é objeto de estudo deste trabalho é uma superliga à base de níquel, liga 600, recebida na forma de barra com comprimento de 1,6 m e diâmetro de 7 mm (Firma: Multialloy). Originalmente, esse material foi processado partindo de uma barra de 200 mm de diâmetro e após a última laminação a quente o mesmo foi recozido a uma temperatura de 1010°C por 30 min, seguido de resfriamento ao ar.

4.2 Análise química

A análise química da liga foi realizada por espectrofotometria de absorção atômica em um equipamento marca Varian, modelo AA-1275 do laboratório de caracterização e Processamento de Materiais da Universidade Presbiteriana Mackenzie. Na TAB. 1 apresenta-se a análise química da liga comparando os dados da especificação com os resultados da análise química obtida por espectrofotometria de absorção atômica.

TABELA 1 – Composição química (% peso) da liga Níquel 600 em estudo

Elemento	Especificação	Espectrofotometria de Absorção Atômica
Ni	73,75	73,10
Cr	16,30	16,57
Fe	8,55	9,35
Mn	0,33	-
Si	0,39	-
Ti	0,26	-
Al	0,17	-
Cu	0,02	-
Co	0,03	-
S	0,002	-
P	0,007	-
B	0,002	-
C	0,0069	-

4.3 Prensagem por canais equiangulares

Para a realização dos ensaios de deformação plástica intensa pela técnica de PCE (Prensagem por Canais Equiangulares) foi utilizada uma matriz bipartida fabricada em aço ferramenta D2 com dois canais retangulares formando ângulo (Φ) de 120° entre si e com ângulo do cotovelo externo (Ψ) de 60° . O canal foi submetido a um acabamento superficial (polimento) visando minimizar o atrito nessa região e suas dimensões são 6 mm x 6 mm. O punção utilizado na operação de prensagem também foi fabricado em aço ferramenta D2, de forma a manter uma pequena folga entre o mesmo e o canal. As partes da matriz são unidas por parafusos de aço capazes de suportar os esforços desenvolvidos no processo. O tratamento térmico da matriz resultou em uma dureza de 62HRC.

A FIG. 5 mostra a matriz confeccionada para os ensaios de PCE.

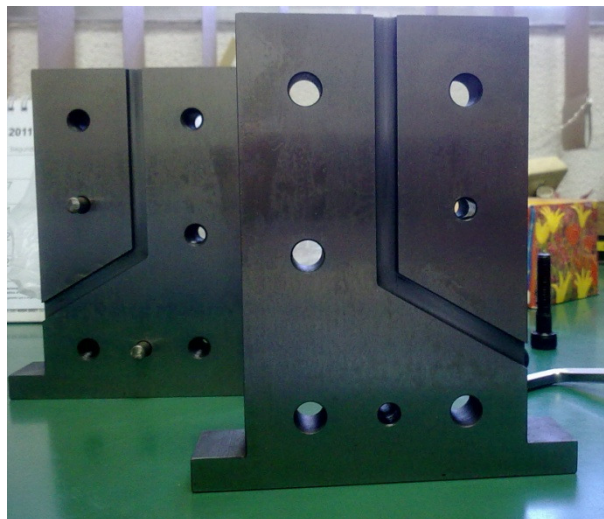


FIGURA 5 – Matriz para os ensaios de PCE

Antes de serem processados pela técnica de PCE, os corpos de prova foram usinados passando de uma seção circular para uma forma quadrada com dimensões próximas as do canal da matriz e comprimento de 25 mm. O material foi submetido a um tratamento térmico a 400°C por 30 minutos, seguido de têmpera em água gelada.

O PCE foi realizado em temperatura ambiente, posicionando-se a matriz em uma máquina de ensaio universal INSTRON 4400R operando com velocidade constante de $5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$. Com o intuito de reduzir os efeitos do atrito e da aderência e evitar problemas durante a extrusão, a lubrificação do canal e dos

corpos de prova foi feita mediante o uso de uma graxa à base de cobre. No decorrer do processamento foram necessárias algumas interrupções para lubrificação. Após o processo de extrusão, o punção é retirado e o tarugo deformado é removido do segundo canal. O processo pode ser realizado repetidamente na mesma amostra e, desta forma, a intensidade de deformação total será N (número de passes) vezes uma única deformação de cisalhamento.

Foram realizadas diversas rotas de processamento (A, B_A, B_C e C) via a técnica de PCE e até seis passes para cada amostra. Os corpos de prova foram submetidos a 1 passe via ensaio interrompido e aos totais de 2, 4 e 6 passes utilizando as rotas A e B_C, e 2 e 4 passes utilizando as rotas B_A e C.

Devido às distorções ocorridas nas extremidades dos corpos de prova após PCE, as mesmas foram descartadas uma vez que a literatura reporta que a região com microestrutura final mais homogênea situa-se afastada das bordas ^[49].

4.4 Caracterização microestrutural e mecânica

A caracterização microestrutural e mecânica da liga de níquel 600, antes e após o processamento por PCE, foi realizada por microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de transmissão (MET) e ensaios de microdureza Vickers.

4.4.1 Microscopia óptica (MO)

Para MO, os corpos de prova processados por PCE foram seccionados no plano perpendicular ao eixo longitudinal, com espessuras de cerca de 4 mm, utilizando-se uma cortadeira modelo ISOMET 2000 da Buehler. Em seguida, foram executados os procedimentos usuais de preparação metalográfica, que consistiu de embutimento em resina acrílica, lixamento mecânico com lixas de carbeto de silício de granulometrias 600, 800, 1000 e 1200, e polimento com alumina em suspensão de 0,3 µm. As amostras foram lavadas em álcool e secas em soprador térmico.

Para revelar a microestrutura do material foi feito um ataque químico com o seguinte reagente: 30 ml de água destilada, 10 ml de HCl, 10 g de metabissulfato de potássio e 150 mg de cloreto de ferro III. Entretanto, para que a microestrutura fosse revelada, a duração do ataque variou de 1 a 3 minutos, dependendo da amostra. As amostras com maior número de passes após PCE

exigiram maior tempo de ataque. Inicialmente algumas pareciam “queimadas” após o primeiro minuto, contudo ao continuar na solução, a microestrutura foi evidenciada.

Com o intuito de obter mais informações qualitativas nas fotomicrografias com aumentos maiores optou-se pelo ataque colorido. A formulação utilizada foi a seguinte: 30 ml de água destilada, 20 ml de HCl, 2 g de metabissulfito de potássio e 10 mg de cloreto de ferro III, por 1 minuto. No entanto, o mesmo só foi eficiente nas amostras após o tratamento térmico e antes do PCE. Após a realização do processo de deformação plástica intensa não houve êxito no ataque colorido, mesmo com diversas combinações de agentes químicos e tempos de ataque.

As observações e documentação fotomicrográfica dos corpos de prova foram feitas em microscópio óptico OLYMPUS modelo BX60M, com câmera digital marca Sony, modelo Hyper Had acoplada e aplicativo de registro fotográfico DT Acquire, do Laboratório de Metalurgia do Pó do CCTM/IPEN.

4.4.2 Microscopia eletrônica de transmissão (MET)

Para MET, os corpos de prova foram cortados em discos de 3 mm de diâmetro e lixados utilizando lixas de SiC com granulometrias 600 e 800 até obter uma espessura de 120 – 150 μm . O polimento eletrolítico dos discos foi realizado com solução de 10% ácido perclórico + 90% etanol, ddp de 35 V a -20°C , utilizando-se equipamento de jato eletrolítico duplo (Tenupol 5). As amostras foram observadas em um microscópio eletrônico de transmissão modelo JEM2100 (JEOL) operando em 200kV, pertencente ao CCTM/IPEN.

4.4.3 Microdureza Vickers

Para os ensaios de microdureza Vickers foi utilizado o microdurômetro Micromet 2103 da Buehler pertencente ao Laboratório de Fenômenos de Superfície do Departamento de Engenharia Mecânica da EPUSP e as medidas foram realizadas com carga de 50 g. As medidas realizadas nas amostras metalograficamente preparadas do material como recebido e tratado termicamente a 400°C por 30 minutos foram tomadas aleatoriamente na superfície da amostra com as impressões suficientemente espaçadas, de modo a não interferirem mutuamente. Os resultados apresentados consistem na média

dos valores obtidos. Já, as medidas após PCE foram realizadas no plano perpendicular ao eixo longitudinal das amostras ao longo da linha que passa pelo centro, conforme ilustrado (FIG. 6).

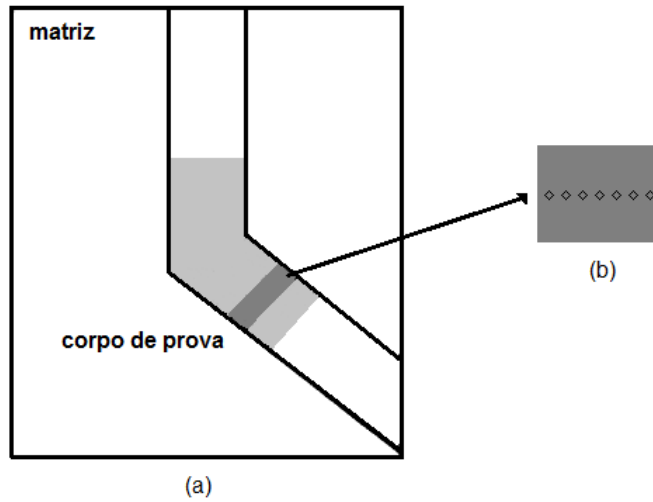


FIGURA 6 – (a) Desenho esquemático da matriz com amostra durante o processo PCE. (b) Seção transversal da região preferencial da amostra onde se realizou os testes de dureza

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização da liga de Níquel 600 antes do processamento por PCE

As observações realizadas por MO no material de partida recebido (Multialloy) apresentava tamanho de grão variado e precipitação (carbonetos e nitretos) típica de ligas de níquel 600 (FIG. 7).

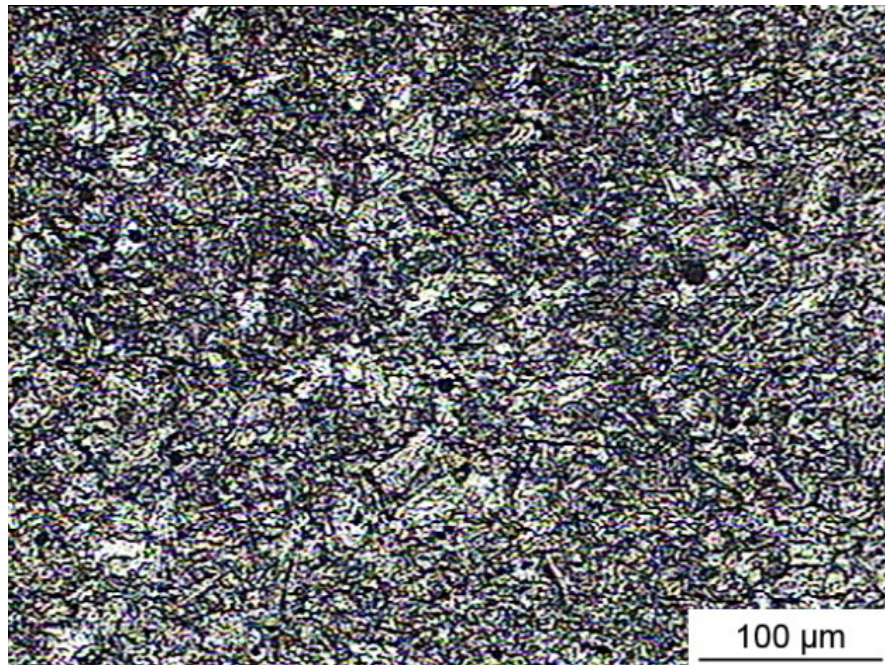


FIGURA 7 – Micrografia por microscopia óptica da liga de níquel 600 na condição inicial (tamanhos variados de grão e presença de precipitação)

O aspecto microscópico das amostras após tratamento térmico a 400 °C por 30 minutos pode ser visto nas FIG. 8 e 9 em aumentos distintos. Observa-se variação de tamanho de grão no material utilizado para realização dos processos de deformação intensa. A estrutura apresenta também uma quantidade significativa de segundas fases (carbonetos) na matriz da liga de níquel 600.

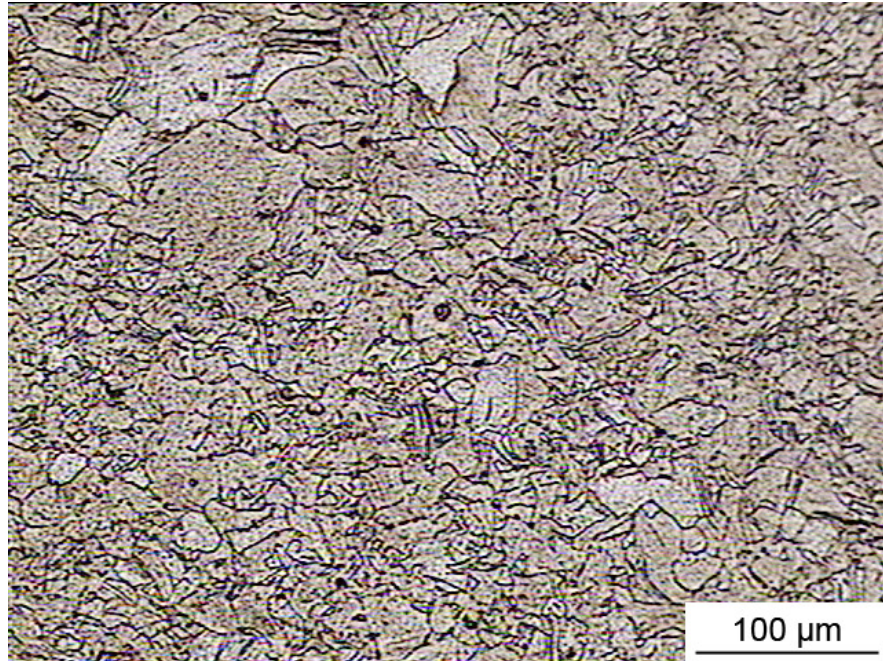


FIGURA 8 – Micrografia por microscopia óptica da liga de níquel 600 após tratamento térmico a 400 °C por 30 minutos

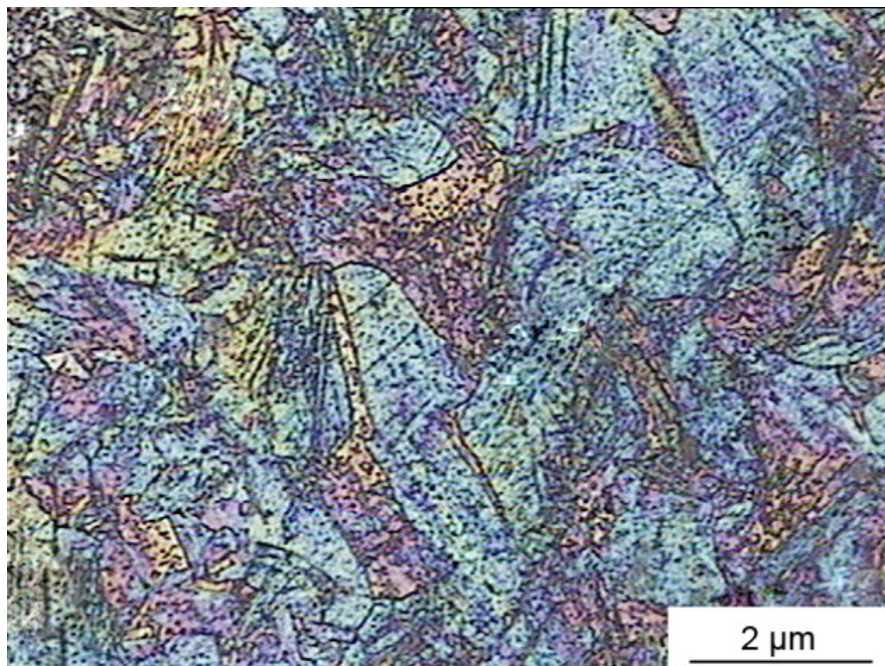


FIGURA 9 – Micrografia por microscopia óptica da liga de níquel 600 após tratamento térmico a 400 °C por 30 minutos. Maior detalhamento da microestrutura. Ataque colorido

Os ensaios de microdureza Vickers realizados no material após tratamento térmico indicaram uma microdureza inicial de $(313 \pm 4) \text{HV}_{0,05}$.

5.2 Caracterização da liga de Níquel 600 após processamento por PCE

A FIG. 10 mostra um corpo de prova após o primeiro ensaio de extrusão. Nota-se a deformação nas bordas.



FIGURA 10 – Corpo de prova processado por PCE após 1 passe

Após cada passe do processo de extrusão foram observadas rebarbas nos corpos de prova. Estas foram retiradas com o auxílio de lixas de carbeto de silício (SiC).

5.2.1 Caracterização da liga por MO e microdureza Vickers após 1 passe

As amostras apresentaram mudanças microestruturais significativas após a primeira extrusão (FIG. 11). Os grãos inicialmente grosseiros ao passarem pela região de cisalhamento (intersecção entre os dois canais da matriz) sofreram um refinamento considerável com apenas um passe. A microestrutura ficou mais homogênea, com alteração no formato e no tamanho dos grãos, que ficaram menores.

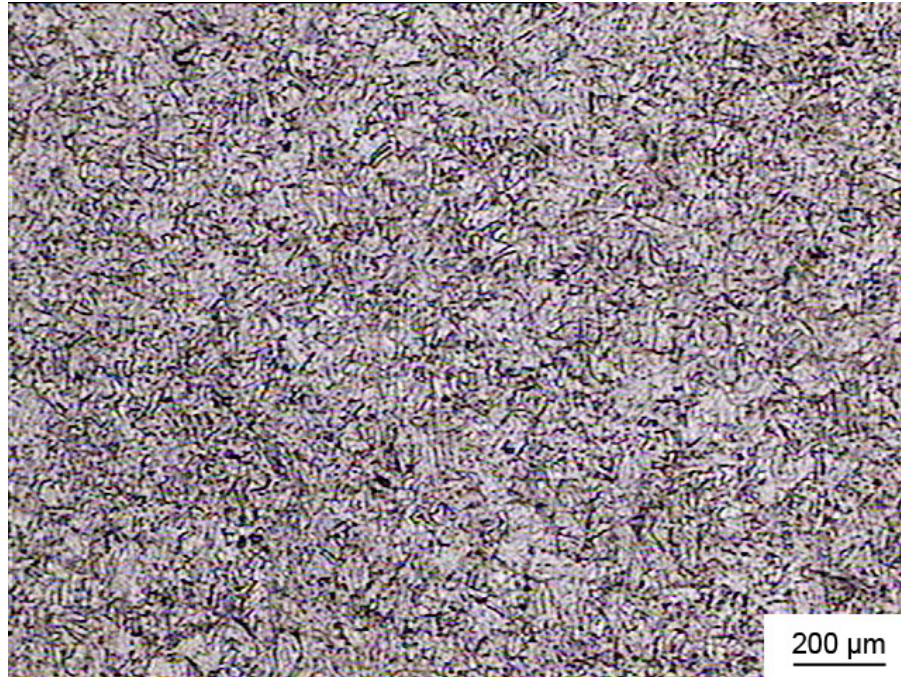


FIGURA 11 – Micrografia por MO após o primeiro passe por PCE

Os ensaios de microdureza Vickers realizados no material indicaram um valor médio de microdureza de $(335 \pm 3) \text{ HV}_{0,05}$. Assim, houve um aumento expressivo do encruamento do material.

A literatura reporta que o maior nível de encruamento que pode ocorrer num processo PCE é função principalmente da deformação aplicada no primeiro passe ^[50]. A FIG. 12 mostra o perfil de microdureza ao longo da linha que passa pelo centro da seção transversal da amostra.

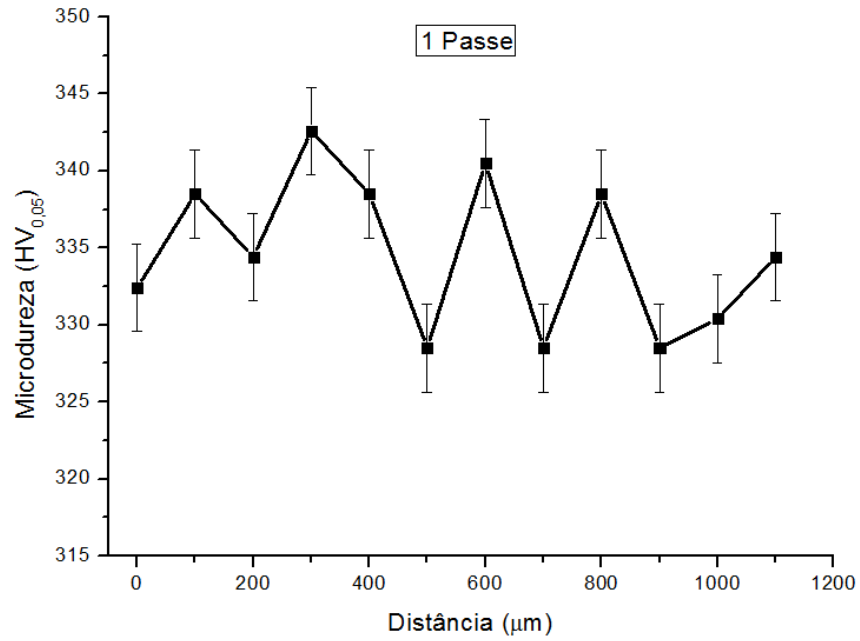


FIGURA 12 – Valores de dureza Vickers em amostra da seção transversal da liga de níquel 600 após 1 passe de deformação intensa pela técnica PCE

A seguir serão apresentados os resultados do processo de deformação plástica intensa por PCE para as quatro rotas comumente utilizadas na literatura.

5.2.2 Caracterização da liga por MO e microdureza Vickers – Rota A

A FIG. 13 apresenta as micrografias por MO após 2, 4 e 6 passes de processamento por PCE.

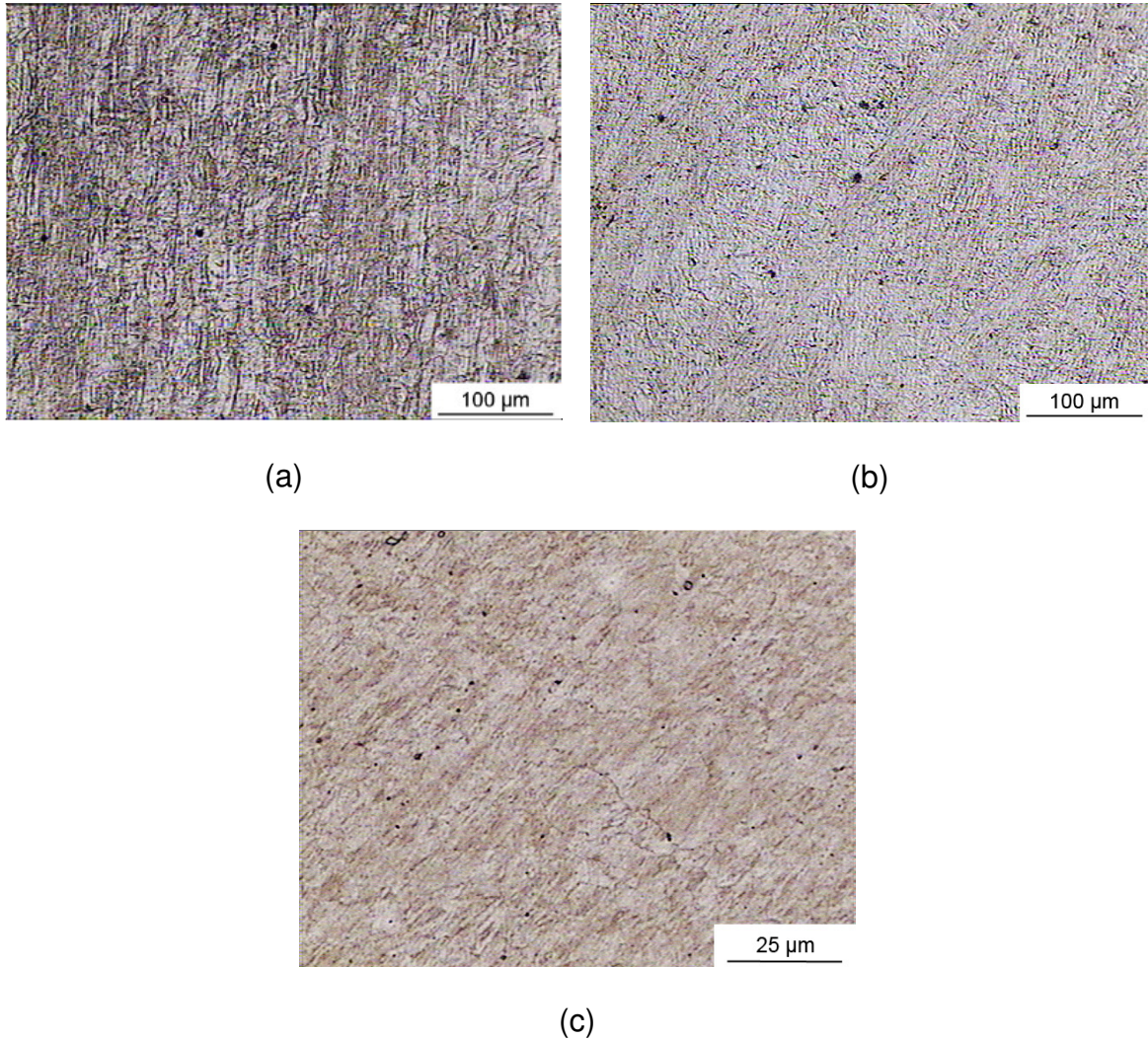


FIGURA 13 – Micrografias por microscopia óptica em amostras da seção transversal após PCE pela rota A: (a) 2 passes, (b) 4 passes e (c) 6 passes

A FIG. 14 apresenta o perfil de microdureza ao longo da linha que passa pelo centro da seção transversal das amostras com 2, 4 e 6 passes por PCE, via rota A.

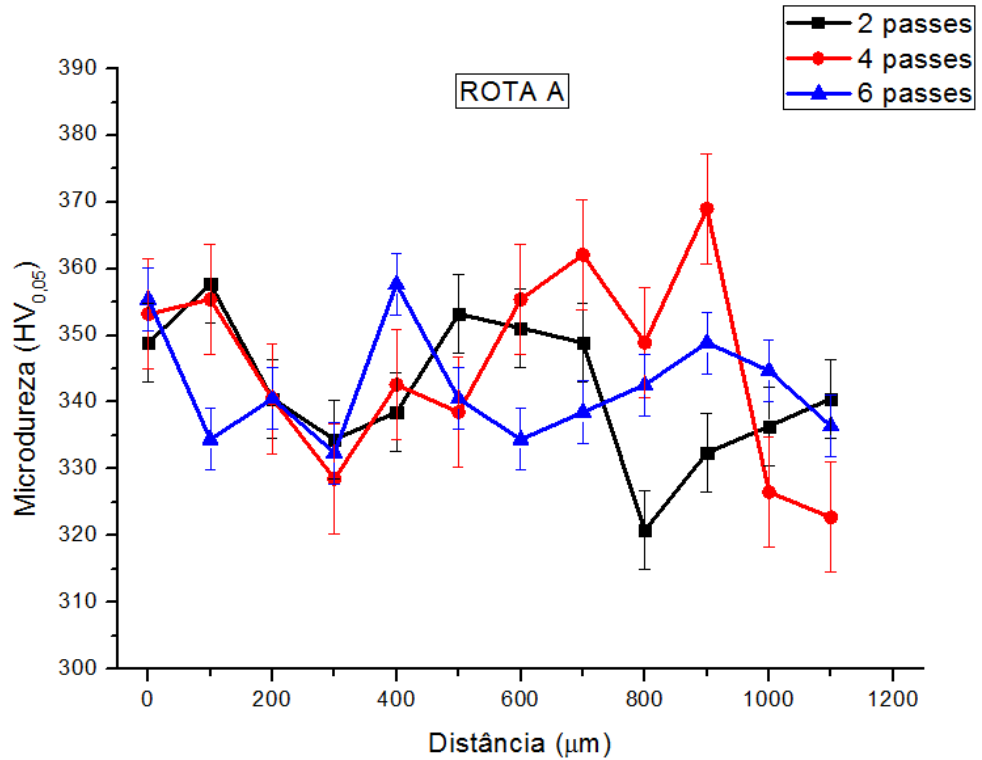


FIGURA 14 – Valores de microdureza Vickers em amostras da seção transversal após 2, 4 e 6 passes de deformação intensa por PCE utilizando a rota A

Na TAB. 2, apresentam-se os valores médios de microdureza Vickers das amostras deformadas por PCE via rota A.

TABELA 2 – Valores médios de microdureza Vickers obtidos nas amostras após 2, 4 e 6 passes, via a rota A

Amostra	Microdureza Vickers (HV _{0,05})
2 passes	342 ± 6
4 passes	345 ± 8
6 passes	342 ± 5

Com base nos valores de microdureza apresentados na FIG. 14 e na TAB. 2, observa-se que o processamento por PCE aumentou a resistência mecânica da liga. Contudo, houve variação nos perfis de distribuição. Há um incremento na resistência do material em relação ao primeiro passe e verifica-se ainda que os valores médios de microdureza são semelhantes.

5.2.3 Caracterização da liga por MO e microdureza Vickers – Rota B_A

A FIG. 15 apresenta as micrografias por MO após 2 e 4 passes de processamento por PCE para a rota B_A.

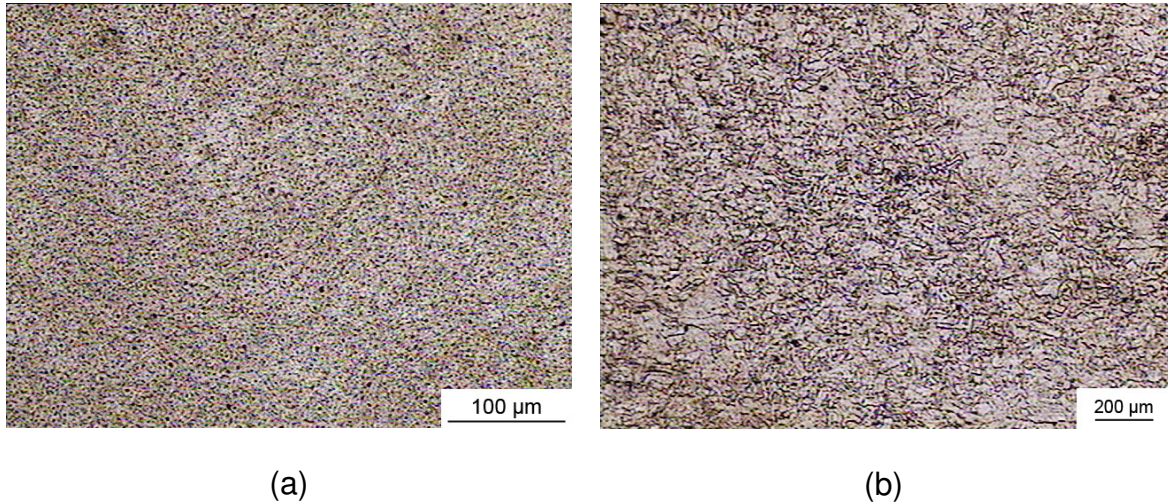


FIGURA 15 – Micrografias por microscopia óptica em amostras da seção transversal após PCE pela rota B_A: (a) 2 passes e (b) 4 passes

A FIG. 16 apresenta o perfil de microdureza ao longo da linha que passa pelo centro da seção transversal das amostras com 2 e 4 passes por PCE, via rota B_A.

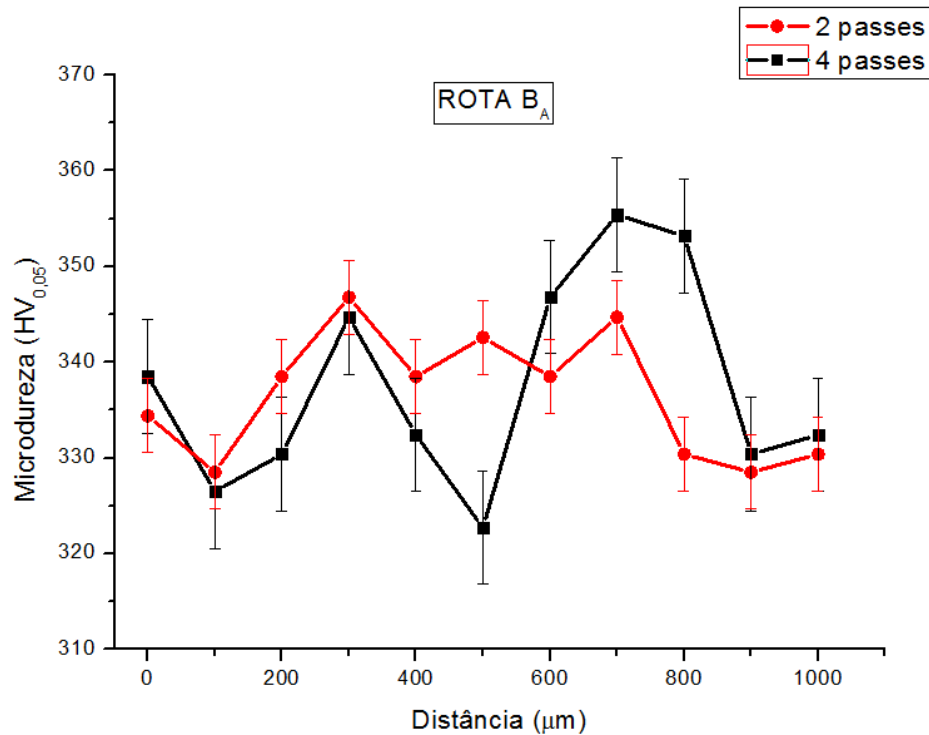


FIGURA 16 – Valores de microdureza Vickers em amostras da seção transversal após 2 e 4 passes de deformação intensa por PCE utilizando a rota B_A

Na TAB. 3, apresentam-se os valores médios de microdureza Vickers das amostras deformadas por PCE via rota B_A.

TABELA 3 – Valores médios de microdureza Vickers obtidos nas amostras após 2 e 4 passes, via a rota B_A

Amostra	Microdureza Vickers (HV _{0,05})
2 passes	336 ± 4
4 passes	337 ± 6

Assim como para a rota A, os valores de microdureza obtidos para a rota B_A (FIG. 16 e TAB. 3) mostram que o processamento por PCE aumentou a microdureza da liga de níquel 600 em relação ao material de partida. Novamente houve variação nos perfis de distribuição. No entanto, os valores médios de microdureza após 1, 2 e 4 passes são semelhantes. Portanto, para a rota B_A o aumento do número de passes não promoveu um incremento significativo nos valores de dureza.

5.2.4 Caracterização da liga por MO e microdureza Vickers – Rota B_C

A FIG. 17 apresenta as micrografias por MO após 2, 4 e 6 passes de processamento por PCE via rota B_C.

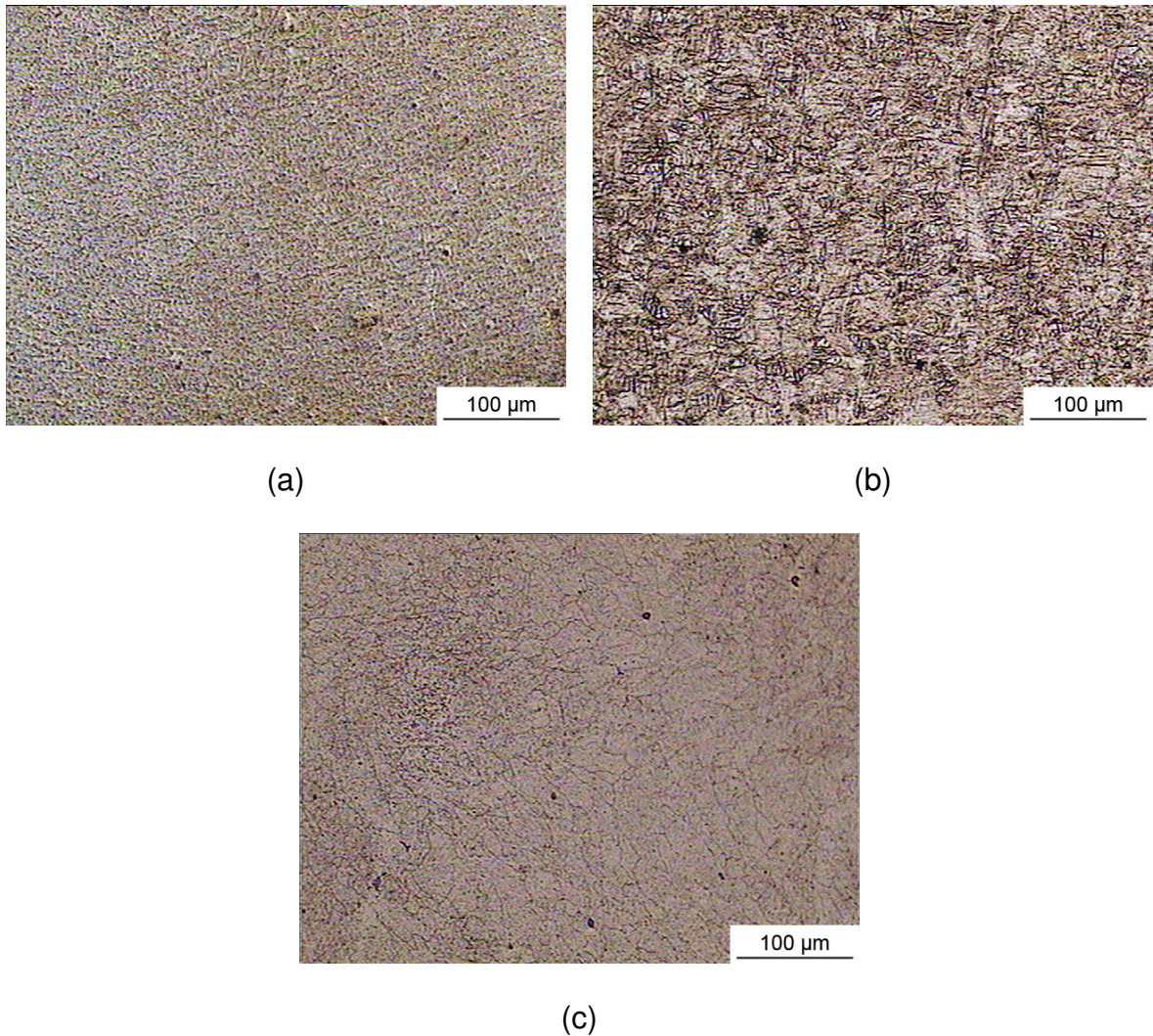


FIGURA 17 – Micrografias por microscopia óptica em amostras da seção transversal após PCE pela rota B_C: (a) 2 passes, (b) 4 passes e (c) 6 passes

A FIG. 18 apresenta o perfil de microdureza ao longo da linha que passa pelo centro da seção transversal das amostras com 2, 4 e 6 passes por PCE, via rota B_C.

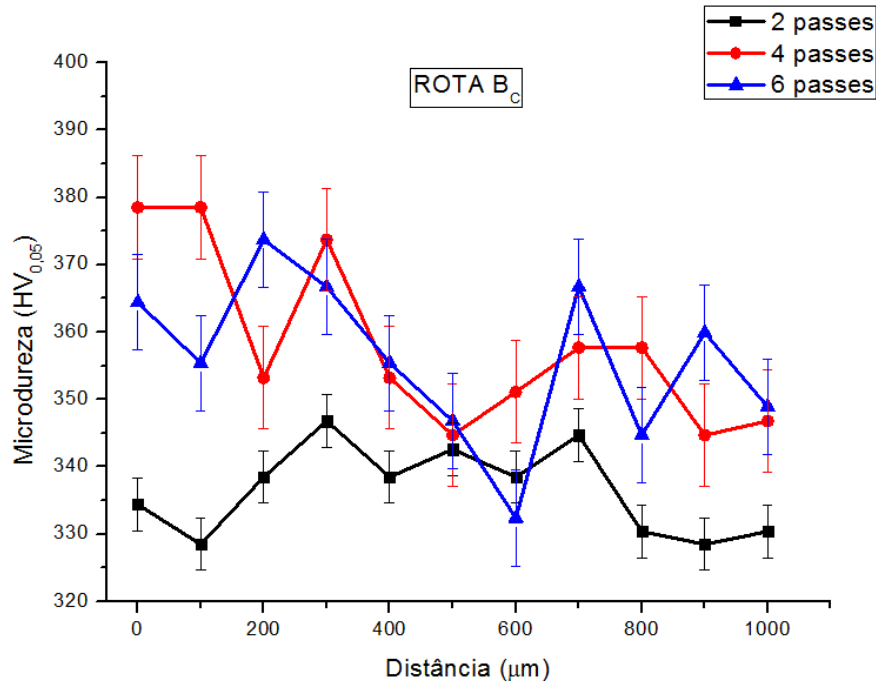


FIGURA 18 – Valores de microdureza Vickers em amostras da seção transversal após 2, 4 e 6 passes de deformação intensa por PCE utilizando a rota B_C

Na TAB. 4, apresentam-se os valores médios de microdureza Vickers das amostras deformadas por PCE via rota B_C .

TABELA 4 – Valores médios de microdureza Vickers obtidos nas amostras após 2, 4 e 6 passes, via a rota B_C

Amostra	Microdureza Vickers (HV _{0,05})
2 passes	336 ± 4
4 passes	358 ± 8
6 passes	356 ± 7

Para a rota B_C também houve variação nos perfis de distribuição. Contudo, os valores de microdureza indicaram um aumento significativo da resistência mecânica da liga do segundo para o quarto passe. Já os valores de microdureza para o quarto e o sexto passes apresentaram-se muito próximos.

5.2.5 Caracterização da liga por MO e microdureza Vickers – Rota C

A FIG. 19 apresenta as micrografias por MO após 2 e 4 passes de processamento por PCE para a rota C.

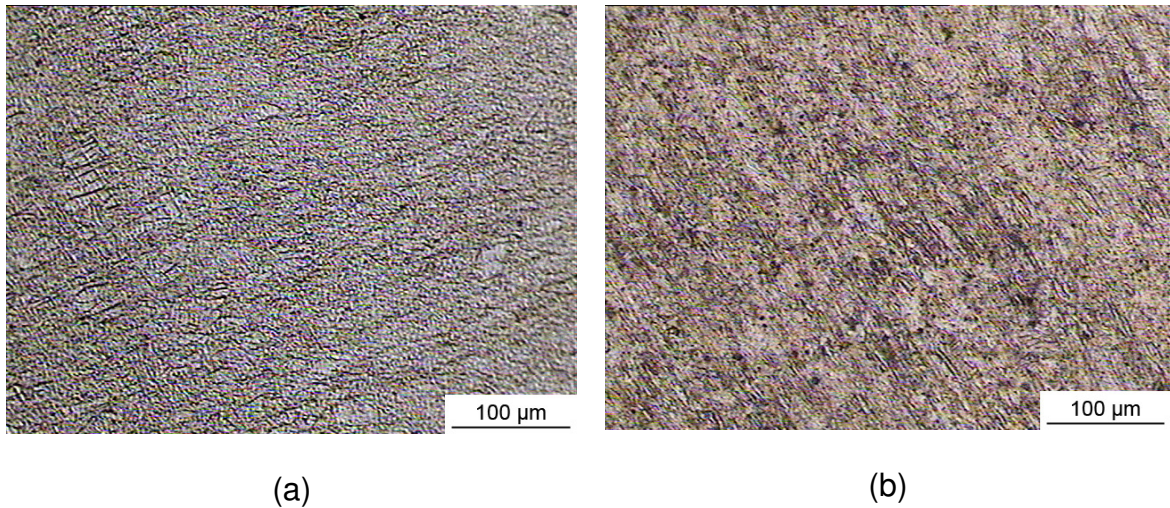


FIGURA 19 – Micrografias por microscopia óptica em amostras da seção transversal após PCE pela rota C: (a) 2 passes e (b) 4 passes

A FIG. 20 apresenta o perfil de microdureza ao longo da linha que passa pelo centro da seção transversal das amostras com 2 e 4 passes por PCE, via rota C.

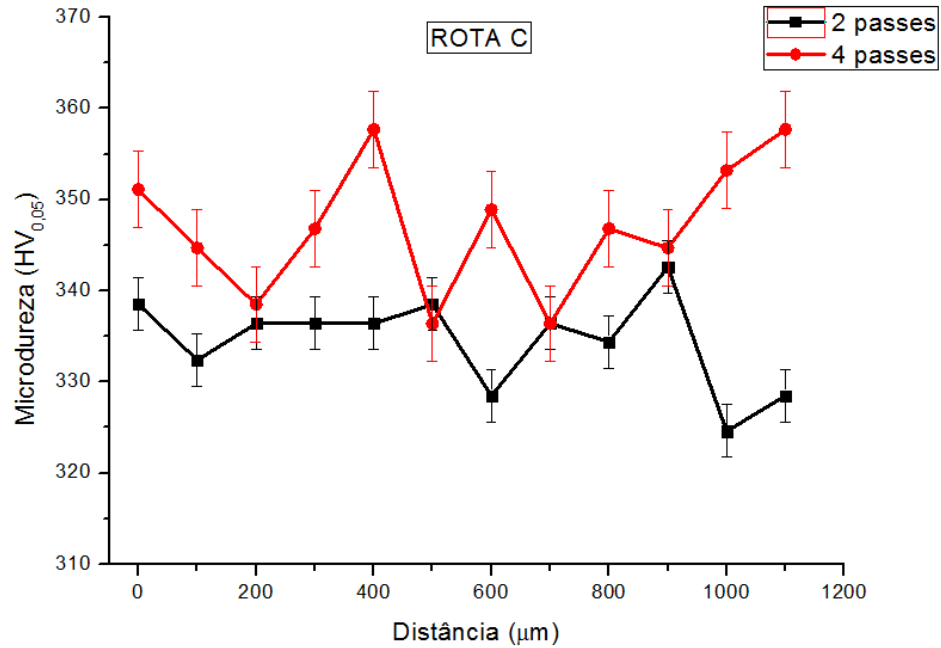


FIGURA 20 – Valores de microdureza Vickers em amostras da seção transversal após 2 e 4 passes de deformação intensa por PCE utilizando a rota C

Na TAB. 5, apresentam-se os valores médios de microdureza Vickers das amostras deformadas por PCE via rota C.

TABELA 5 – Valores médios de microdureza Vickers obtidos nas amostras após 2 e 4 passes, via a rota C

Amostra	Microdureza Vickers (HV _{0,05})
2 passes	334 ± 3
4 passes	345 ± 5

Para a rota C, além da variação nos perfis de distribuição observa-se que o ganho de resistência do segundo para o quarto passe aumentou significativamente. Há uma tendência de aumento no valor da microdureza em regiões próximas as bordas das amostras submetidas ao processo de PCE para 4 passes.

No intuito de facilitar a análise e auxiliar a comparação em termos de microdureza Vickers para as condições utilizadas nesse trabalho, a FIG. 21 apresenta um gráfico com os valores médios de microdureza.

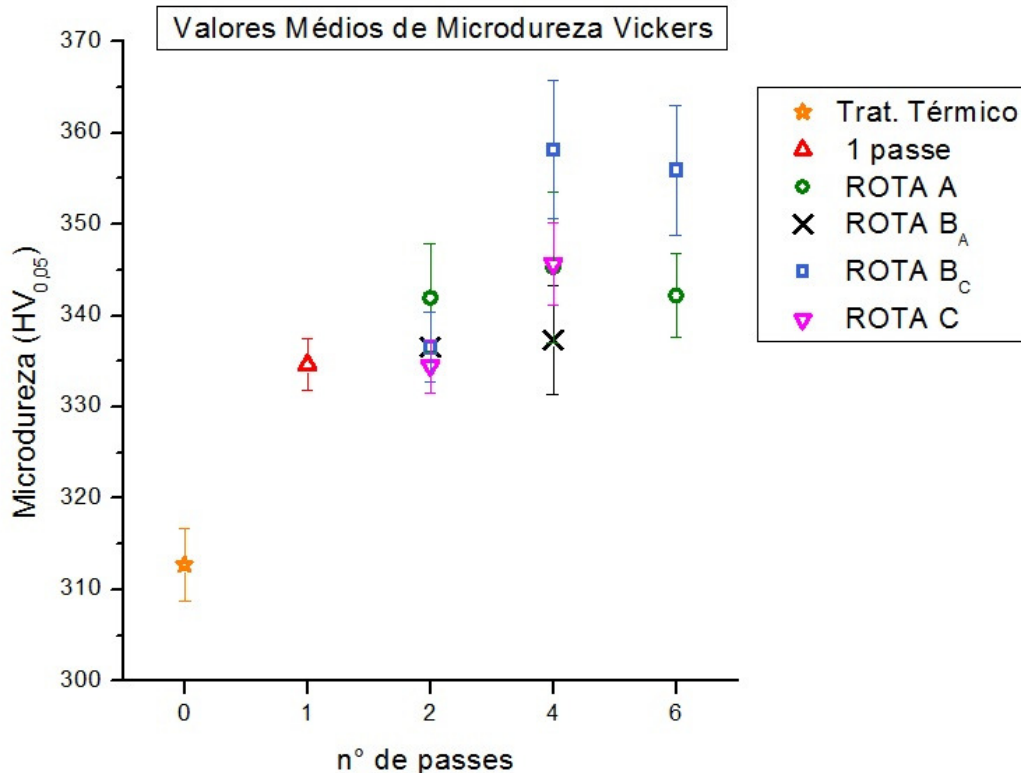


FIGURA 21 – Valores médios de dureza Vickers obtidos nas amostras (seção transversal) da liga de níquel 600 antes e após PCE

Os valores encontrados em propriedades mecânicas (microdureza Vickers) indicaram um expressivo aumento da resistência mecânica da liga de níquel 600. Conforme mencionado anteriormente, o aumento mais significativo na dureza foi conseguido com apenas um passe de extrusão.

Nos passes subsequentes, a microdureza do material aumentou, mas de maneira menos acentuada. Ainda no segundo passe, os valores médios de microdureza para as rotas de processamento encontravam-se semelhantes. No entanto para o quarto passe, houve um incremento significativo da microdureza para as amostras processadas via rotas B_C e C, enquanto as processadas via rotas A e B_A não apresentaram tal comportamento.

Percebe-se também que do quarto para o sexto passe não houve aumento da microdureza para as rotas A e B_C, indicando uma possível saturação

dos valores após a realização de quatro passes, não sendo necessárias mais extrusões.

Nas observações por microscopia óptica, foi possível notar que não ocorreu um total refinamento da microestrutura para a maioria das condições estudadas. As microestruturas não podem ser definidas com clareza, porque os grãos tornam-se extremamente deformados e distorcidos e de difícil diferenciação dos mesmos individualmente. Nota-se que foi alcançado um aumento de dureza considerável para a liga de níquel 600.

5.3. Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

As observações realizadas por MET revelaram que após alguns passes por PCE, a estrutura apresenta uma mistura de subcontornos de grãos, contornos de grão de baixo e de alto ângulo. Defeitos cristalinos lineares (discordâncias) foram induzidos já nos estágios iniciais de extrusão e rearranjadas para formar emaranhados de discordâncias que dão início a novos contornos e subcontornos durante o processo de deformação (FIG. 22 - 26).

Com deformação crescente, uma parte das discordâncias criadas foi absorvida pelos subcontornos e a desorientação entre os subcontornos aumentou evoluindo para contornos de baixo e alto ângulo. Há um decréscimo no número de contornos de baixo ângulo e aumento do número de contornos de alto ângulo com o crescente número de passes realizados na liga de níquel 600.

A FIG. 22 apresenta as micrografias eletrônicas (MET) da liga de níquel 600 após tratamento térmico de 400 °C por 30 minutos: 22(a) tem-se o aspecto geral, presença de dois grãos cujo interior com presença expressiva de discordâncias, precipitados finos distribuídos no emaranhado de discordâncias; 22(b) vê-se uma região do interior de um dos grãos desta condição inicial com presença de subgrãos e precipitações finas visíveis. A identificação delas por EDS indicou presença de $Ni_3(Al,Ti)$ bem como carbonetos (Cr_7C_3 e $Cr_{23}C_6$).

A FIG. 23 mostra micrografias eletrônicas (MET) da liga de níquel 600 tratada em 400 °C por 30 minutos posteriormente processada com deformação intensa via rota A (dois passes). Na FIG. 23(a) tem-se presença de subgrãos com formato alterado no sentido do processo de cisalhamento, no interior destes subgrãos observa-se presença expressiva de discordâncias além de precipitados finos distribuídos dentro do emaranhado de discordâncias; 23(b) apresenta situação semelhante à micrografia anterior, subgrãos orientados na direção do processo de cisalhamento e precipitação visível no interior de subgrãos.

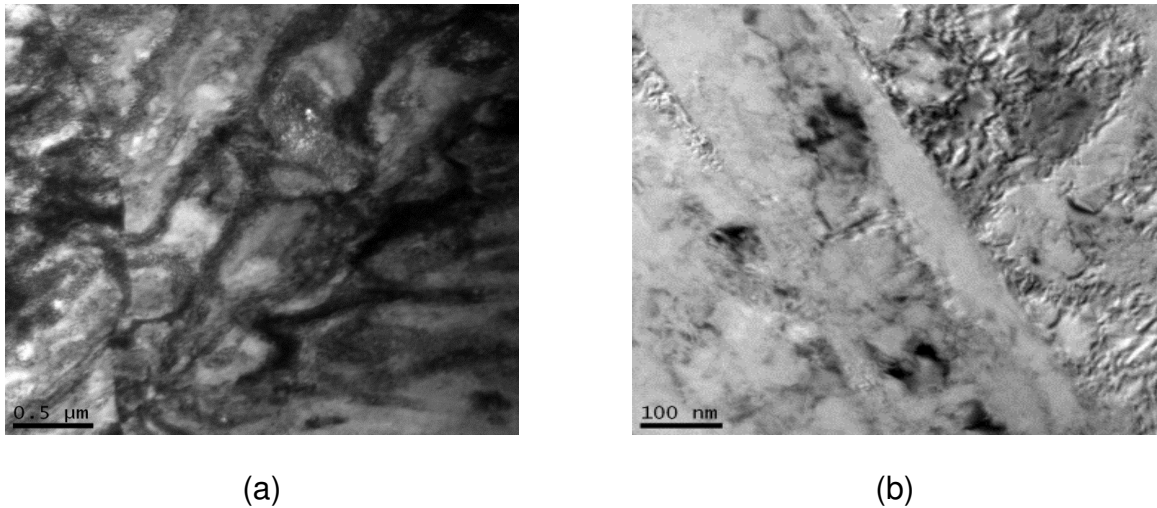


FIGURA 22 – Micrografias eletrônicas (MET) da liga de níquel 600 após tratamento térmico de 400 °C por 30 minutos (a) aspecto geral, presença de dois grãos com o interior com presença expressiva de discordâncias, precipitados finos distribuídos no emaranhado de discordâncias; (b) região do interior de um dos grãos, presença de subgrãos e alguma precipitação visível

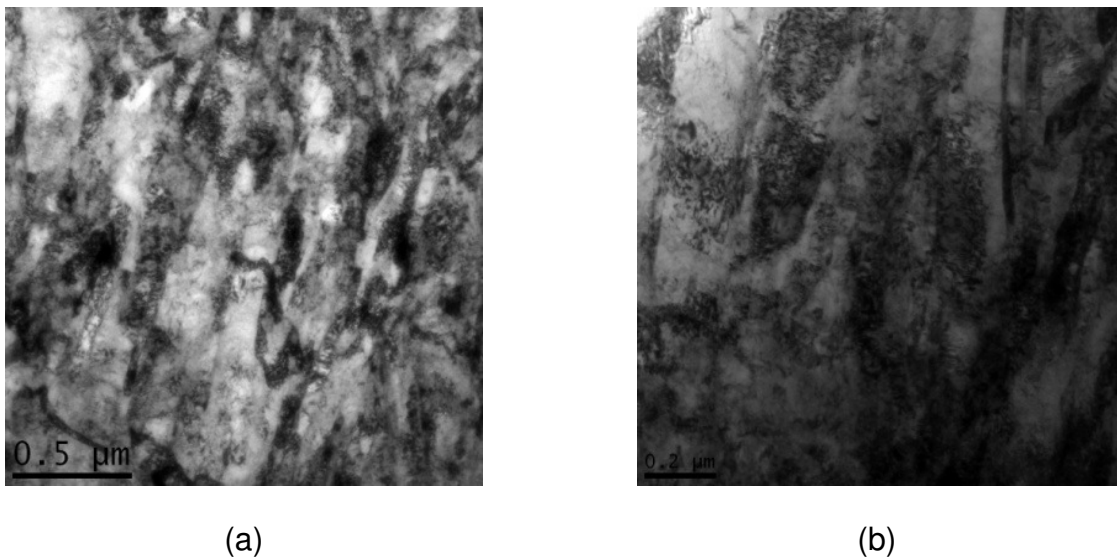
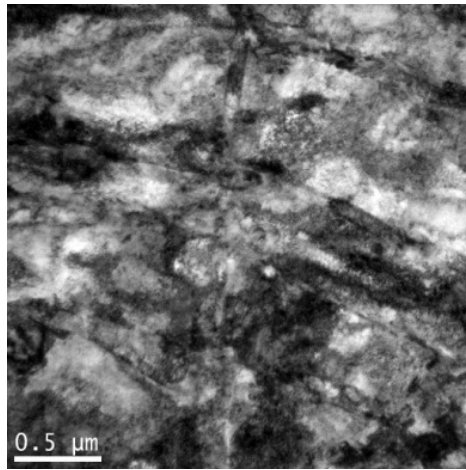
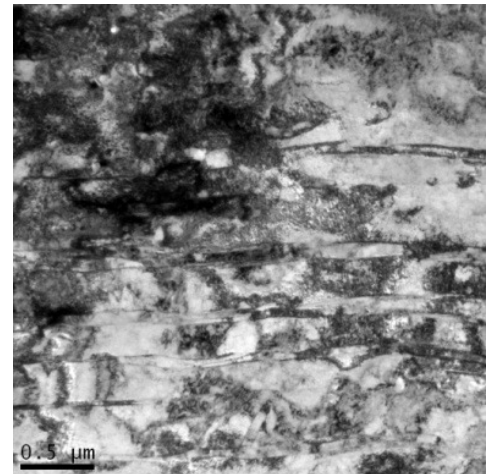


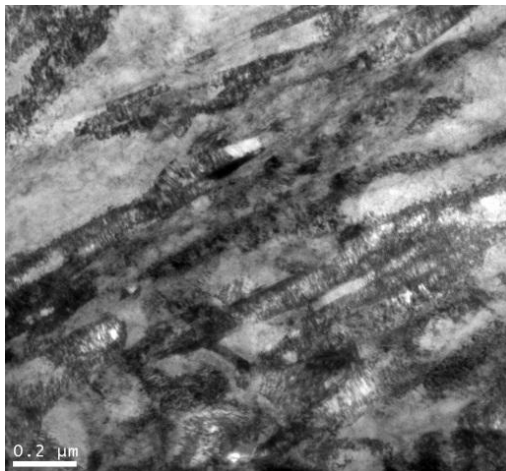
FIGURA 23 – Micrografias eletrônicas (MET) da liga de níquel 600 tratada em 400 °C por 30 minutos posteriormente processada com deformação intensa (rota A, dois passes). (a) aspecto geral, presença de subgrãos com seu formato alterado no sentido do processo de cisalhamento, no interior destes subgrãos observa-se presença expressiva de discordâncias além de precipitados finos distribuídos dentro do emaranhado de discordâncias; (b) situação semelhante a micrografia anterior, subgrãos orientados na direção do processo de cisalhamento e precipitação visível no interior de subgrãos



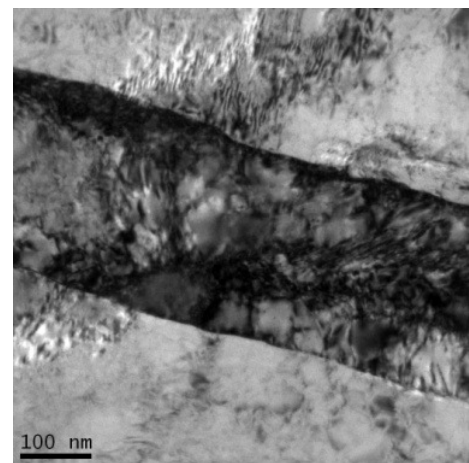
(a)



(b)



(c)



(d)

FIGURA 24 – Micrografias eletrônicas (MET) da liga de níquel 600 tratada em 400 °C por 30 minutos posteriormente processada com deformação intensa (rota B_C, dois passes). (a), (b) e (c) aspecto geral, presença de subgrãos com seu formato alterado no sentido do processo de cisalhamento, com distribuição ainda na direção de cisalhamento, apesar da diferenciação no processo de cisalhamento utilizado; no interior destes subgrãos observa-se presença expressiva de discordâncias além de precipitados finos distribuídos dentro do emaranhado de discordâncias; (d) grão com deformação preferencial a direção de cisalhamento, no seu interior presença de subgrãos e precipitação muito fina no interior de subgrãos

A FIG. 24 apresenta micrografias eletrônicas (MET) da liga de níquel 600 tratada em 400°C por 30 minutos e posteriormente processada com deformação intensa pela rota B_C, por dois passes. As FIG. 24(a), (b) e (c) apresentam grãos em cujo interior tem-se a presença de subgrãos com formato alterado no sentido do processo de cisalhamento; apesar da diferenciação no

processo de cisalhamento utilizado; no interior destes subgrãos observa-se presença expressiva de discordâncias além dos precipitados finos já mencionados no anterior, distribuídos dentro do emaranhado de discordâncias; a FIG. 24(d) apresenta grão com deformação preferencial a direção de cisalhamento, no seu interior presença de subgrãos e precipitação muito fina no interior de subgrãos.

A FIG. 25 apresenta micrografias eletrônicas (MET) da liga de níquel 600 tratada em 400°C por 30 minutos seguida do processamento de deformação intensa via rota B_C com quatro passes. A FIG. 25(a) apresenta emaranhados de discordâncias no interior dos grãos alongados, vários destes arranjos com presença de subgrãos; na FIG. 25(b) observa-se subgrão onde se nota a distribuição de discordâncias e anéis de discordâncias; nas FIG. 25(c) e (d) vê-se o interior de subgrãos com deformação preferencial da direção de cisalhamento, presença de micromaclas em todo o interior destes subgrãos, o que pode motivar possível formação posterior de nanogrãos em suas paredes. Fato já constatado em trabalhos da literatura ^[51].

A FIG. 26 apresenta micrografias eletrônicas obtidas por MET, da liga de níquel 600 tratada em 400°C por 30 minutos e seguido do processamento de deformação intensa da rota B_C (seis passes). A FIG. 26(a) apresenta emaranhados de discordâncias no interior dos grãos onde alguns deles têm tamanho reduzido provavelmente formado a partir da energia cedida pelo processo sucessivo dos passes de cisalhamento aplicados. As FIG. 26(b) e 26(c) mostram vários subgrãos de tamanhos variados com o seu interior repleto de discordâncias, anéis de discordâncias bem como precipitação fina, Ni₃(Al,Ti), Cr₇C₃ e Cr₂₃C₆; A FIG. 26(d) exhibe o interior de subgrão, onde vê-se micromaclas em todo o seu interior na direção de cisalhamento final ocorrida, podendo indicar possível formação posterior de nanogrãos em suas paredes. Esta situação favorecerá esta formação quando do posterior tratamento térmico, como indica a literatura científica atual ^[51].

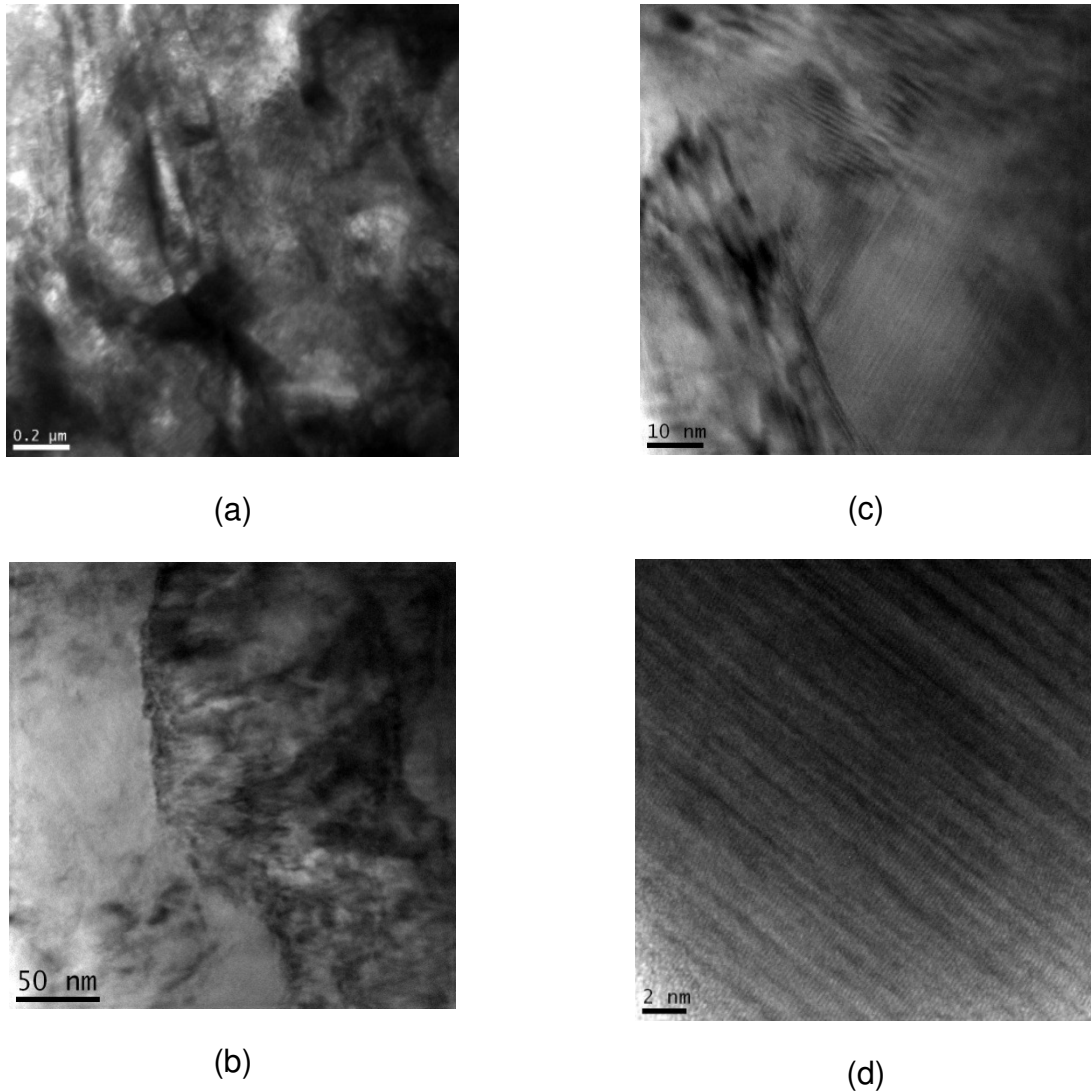


FIGURA 25 – Micrografia eletrônica (MET) da liga de níquel 600 tratada em 400 °C por 30 minutos seguidos do processamento de deformação intensa (rota B_C, quatro passes). (a) aspecto geral, presença de emaranhados de discordâncias no interior dos grãos alongados, vários destes arranjos com aspecto de subgrão; (b) subgrão em cujo interior nota-se distribuição de discordâncias e anéis de discordâncias; (c) e (d) interior de subgrãos com deformação preferencial a direção de cisalhamento, presença de micromaclas em todo o interior dos subgrãos o que motiva possível formação posterior de nanogrãos em suas paredes

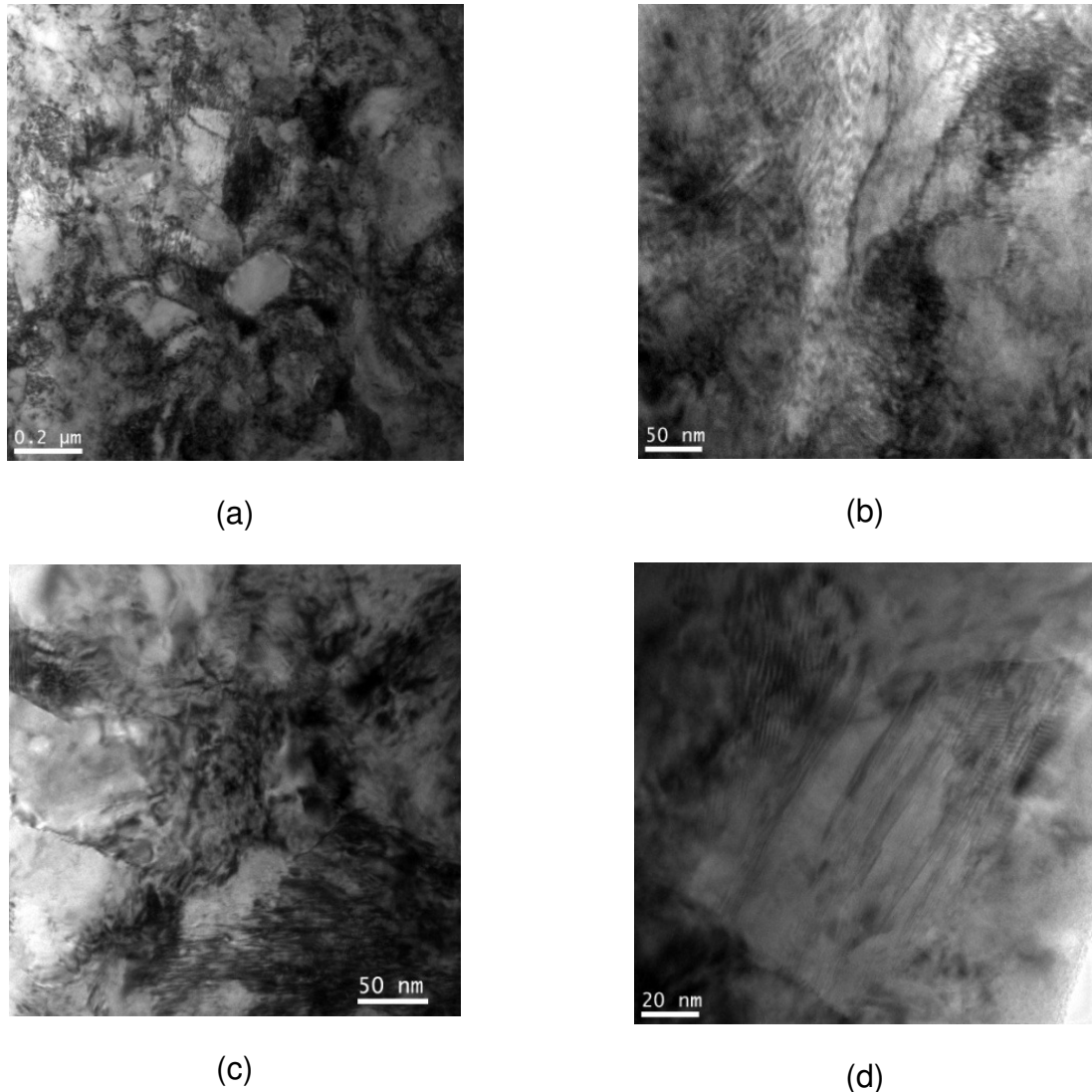


FIGURA 26 – Micrografia eletrônica (MET) da liga de níquel 600 tratada em 400 °C por 30 minutos seguidos do processamento de deformação intensa (rota B_C , seis passes). (a) aspecto geral, presença de emaranhados de discordâncias no interior dos grãos alguns deles de tamanho reduzido provavelmente devido à energia cedida durante o processo sucessivo de passes de cisalhamento ocorrido; (b, c) vários subgrãos de tamanhos variados com o seu interior repleto de discordâncias, anéis de discordâncias bem como precipitação fina; (d) interior de subgrão, presença de micromaclas em todo o interior dos subgrãos preferenciais a direção de cisalhamento final ocorrida, podendo indicar possível formação posterior de nanogrãos em suas paredes

A caracterização microestrutural por MET conduziu a uma indicação de formação de arranjos paralelos de micromaclas no interior dos grãos observados além de se ter em várias regiões intersecções entre elas (FIG. 23 - 26). Observam-se também microestruturas de grãos alongados e em alguns locais junto aos contornos de grãos alongados são igualmente observados nanogrãos. Há necessidade de observações mais seguras para se alcançar medidas mais

precisas destes nanogrãos observados (200 nm). A presença de um número elevado de discordâncias dificulta acentuadamente esta medida. Os padrões de difração obtidos indicam material de natureza policristalina e com orientação ao acaso dos grãos presentes.

Aparentemente esta série de micromaclas pode atuar como embriões para a formação dos nanogrãos. A princípio estas observações preliminares por microscopia eletrônica de transmissão sugerem mecanismos que podem levar a mudança das micromaclas para nanogrãos: (a) geração de uma alta densidade de discordâncias no interior das micromaclas; (b) posterior formação de grupos de deformação no interior das micromaclas. Na primeira parte, pode-se também afirmar que as discordâncias originadas podem empilhar-se (em inglês *"pile-up"*) contra as paredes das micromaclas formando um início de contorno de grão ou formar paredes de alta densidade não paralelas às micromaclas, subdividindo as micromaclas existentes em semidomínios que poderiam eventualmente tornar-se nanogrãos distintos. Na segunda alternativa, espera-se ocorrer rotação dos nanodomínios divididos pelos contornos de micromaclas podendo levar a uma eventual formação de micro ou nano grãos policristalinos após posterior tratamento térmico adequado ^[51-53].

Em algumas situações as partículas presentes (carbonetos) têm dimensões comparadas às dos novos grãos induzidos pelo PCE. Os dados obtidos das propriedades mecânicas e as observações microestruturais obtidas por MO e MET parecem indicar que a liga de níquel após processo PCE exibiu maior resistência mantendo a ductilidade.

6 CONCLUSÕES

Corpos de prova da liga de níquel 600 foram processados por prensagem em canais equiangulares (PCE). Os resultados da caracterização microestrutural e da microdureza Vickers permitem concluir que:

1. A liga de níquel 600 foi deformada com sucesso até 6 passes em temperatura ambiente utilizando as rotas A, B_A, B_C e C.

2. O processo de deformação intensa produz uma variação microestrutural com relação ao tamanho dos grãos finais (micro e/ou nanogrãos). As micromaclas podem atuar como embriões para a formação dos nanogrãos devido à alta densidade de discordâncias com aumento de deformação no interior das mesmas. Inicialmente têm-se a geração de discordâncias que em seguida empilham-se contra as paredes das micromaclas (em inglês "*pile-up*") dando início de novos contornos de grão.

3. A formação de empilhamentos de discordâncias não paralelos às micromaclas podem subdividir as micromaclas existentes podendo gerar nanogrãos distintos.

4. A presença das segundas fases auxilia o entendimento dos mecanismos ligados ao comportamento mecânico advindos da criação de grande número de discordâncias e também de sua interação com as mesmas (discordância-precipitado).

5. A deformação plástica obtida pelo processo PCE resultou em considerável aumento de microdureza em corpos de prova da liga de níquel 600.

6. O aumento mais significativo na dureza foi conseguido com o primeiro passe de extrusão. Nos passes subsequentes, a microdureza do material aumentou, mas de maneira menos acentuada.

7. Para o quarto passe, houve um incremento significativo da microdureza para as amostras processadas via rotas B_C e C.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] VALIEV, R.Z.; LANGDON, T.G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Prog. Mater. Sci.*, v. 51, p. 881-981, 2006.
- [2] FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T.G. The use of severe plastic deformation for microstructural control. *Mater. Sci. Eng.*, v. 324A, p. 82-89, 2002.
- [3] SIMS, C.T.; HAGEL, W.C. *The Superalloys*. Ed. by Sims and Hangel., N.Y.: J. Willey , 1972.
- [4] DONACHIE, M.J. *Superalloys Source Book*. Ohio: ASM, 1984.
- [5] W. A. P. Calvo e W. A. Monteiro, Anais do IX Seminário de Metais Não Ferrosos, ABM, São Paulo, 05-07 nov. 1996, p.135-154.
- [6] NAKASHIMA, K.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T.G. Influence of channel angle on the development of ultrafine grains in equal-channel angular pressing. *Acta Mater.*, v. 46, n. 5, p. 1589-1599, 1998.
- [7] LANGDON, T.G.; FURUKAWA, M.; NEMOTO, M.; HORITA, Z. Using equal-channel angular pressing for refining grain size. *JOM*, v. 52, n. 4, p. 30-33, 2000.
- [8] BOWEN, J.R.; GHOLINIA, A.; ROBERTS, S.M.; PRANGNELL, P.B. Analysis of the billet deformation behavior in equal channel angular extrusion. *Mater. Sci. Eng.*, v.287A, p. 87-99, 2000.
- [9] VALIEV, R.Z.; ISLAMGALIEV, R.K.; ALEXANDROV, I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Prog. Mater. Sci.*, v. 45, n. 2, p. 103-189, 2000.
- [10] KOCH, C.C. Optimization of strength and ductility in nanocrystalline and ultrafine grained metals. *Scripta Mater.*, v. 49, p. 657-662, 2003.
- [11] VALIEV, R.Z. Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. *Nature Materials*, v.3, p. 511-516, 2004.

- [12] GELL, M.; KORTOVICH, C. S. et al. Superalloys 1984. In: Proceedings of 5th INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON SUPERALLOYS - High Temperature Alloys Committee of The Metallurgical Society of AIME, October 7-11, 1984, Pennsylvania. Pennsylvania, 1984. p. 399-419.
- [13] CALVO, W. A. P.; HESS JUNIOR, A.; MACIEL, R. B. Desenvolvimento de Cabos de Isolação Mineral para Instrumentação Nuclear de Reatores. In: 3o Congresso Geral de Energia Nuclear, 22-27 abril, Rio de Janeiro, 1990.
- [14] COVILLE, P.; TIXIER, M. Les Detecteurs a Cables Integres pour Utilisation Sous Flux et/ou a Temperature Elevee. International Atomic Energy Agency, v. 2, p. 275-289, 1978. (IAEA-SM-226/43).
- [15] VERDANT, R. Irradiation de Collectrons Dans les Conditions Physiques d'un Coeur de Reacteur a Eau Sous Pression. International Atomic Energy Agency, v. 2, p. 309-323, 1978. (IAEA-SM-226/43).
- [16] WARREN, H. D.; SHAH, N. H. Neutron and Gamma-Ray Effects on Self-Powered In-Core Radiation Detectors. Nuclear Science and Engineering, v. 54, p. 395-415, 1974.
- [17] KROON, J. C.; GLESIUS, F. L. Trends in Instrument Development for Reactor In-Core Flux Monitoring. IEEE Transactions on Nuclear Science, v. 30, n. 1, p. 785-790, 1983.
- [18] DUCHENE, J. Detecteurs de Rayonnements pour le Controle Comande des Chaudieres Nucleaires PWR. In: Meeting French-Yugoslav. Belgrade, September 12-16, 1977.
- [19] SERRA, E. Stress Corrosion Cracking of Alloy 600. Special Report by Electric Power Research Institute. Palo Alto, California, 1981. (EPRI NP-2114-SR).
- [20] DIETER, G. E. **Metalurgia Mecânica**. Segunda Edição. Editora Guanabara Dois S. A. 1981.
- [21] REED-HILL, R. E. **Princípios de Metalurgia Física**. Segunda Edição. Editora Guanabara Dois S.A. 1982.
- [22] ASKELAND, D. R. The Science and Engineering of Materials. Second SI Edition by P. Webster. Chapman and Hall. University of Missouri-Rolla, USA, 1989.

- [23] VERLINDEN, B. Severe plastic deformation of metals. In: Proceedings of 2nd INTERNATIONAL CONFERENCE ON DEFORMATION PROCESSING AND STRUCTURE OF MATERIALS – Ass. Metall. Eng. of Serbia and Montenegro, May 26-28, 2005, Belgrade. Serbia and Montenegro, 2005, p. 3-18.
- [24] KAIBYSHEV, O. A. Grain refinement in commercial alloys due to high plastic deformations on phase transformations. *J. Mater. Process. Technol.*, v. 117, p. 300-306, 2001.
- [25] FIGUEIREDO, R. B.; DUAN, Z.; KAWASAKI, M.; LANGDON, T. G. Factors Influencing Ductility in Ultrafine-Grained Metals Processed by Equal-Channel Angular Pressing. *Mater. Sci. Forum*, v. 633-634, p. 341-352, 2010.
- [26] VALIEV, R. Z.; MURASHKIN, M. Yu.; GANEEV, A. V.; ENIKEEV, N. A. Superstrength of nanostructured metals and alloys produced by severe plastic deformation. *Phys. Met. Metallogr.*, v. 113, n. 13, p. 1193-1201, 2012.
- [27] NEISHI, K.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Grain refinement of pure nickel using equal-channel angular pressing. *Mater. Sci. Eng.*, v. 325A, p. 54-58, 2002.
- [28] CABIBBO, M. Use of TEM Kikuchi bands for microstructure and thermal stability study of ECA pressed AA1200 via routes A, C, B_C. *Rev. Adv. Mater. Sci.*, v. 25, p. 113-121, 2010.
- [29] RAJU, K. S.; KRISHNA, M. G.; PADMANABHAN, K. A.; MURALEEDHARAN, K.; GURAO, N. P.; WILDE, G. Grain size and grain boundary character distribution in ultra-fine grained (ECAP) nickel. *Mater. Sci. Eng.*, v. 491A, p. 1-7, 2008.
- [30] ZHAO, G.; XU, S.; LUAN, Y.; GUAN, Y.; LUN, N.; REN, X. Grain refinement mechanism analysis and experimental investigation of equal channel angular pressing for producing pure aluminum ultra-fine grained materials. *Mater. Sci. Eng.*, v. 437A, p. 281-292, 2006.
- [31] ZHU, Y. T.; LANGDON, T. G. The fundamentals of nanostructured materials processed by severe plastic deformation. *JOM*, v. 56, p. 58-63, 2004.
- [32] MATHIEU, J.P.; SUWAS, S.; EBERHARDT, A.; TÓTH, L.S.; MOLL, P. A new design for equal channel angular extrusion. *J. Mater. Process. Technol.*, v. 173, p. 29-33, 2006.
- [33] SEGAL, V. M. Materials processing by simple shear. *Mater. Sci. Eng.*, v. 197A, p. 157-164, 1995.

- [34] SEGAL, V. M. Engineering and commercialization of equal channel angular extrusion (ECAE). *Mater. Sci. Eng.*, v. 386A, p. 269-276, 2004.
- [35] BALASUNDAR, I.; RAGHU, T. Effect of friction model in numerical analysis of equal channel angular pressing process. *Mater. Des.*, v. 31, p. 449-457, 2010.
- [36] WANG, S.; LIANG, W.; WANG, Yu; BIAN, L.; CHEN, K. A modified die for equal channel angular pressing. *J. Mater. Process. Technol.*, v. 209, p. 3182-3186, 2009.
- [37] IWAHASHI, Y.; WANG, J.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. *Scr. Mater.*, v. 35, n. 2, p.143-146, 1996.
- [38] MINORU, F.; IWAHASHI, Y.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing. *Mater. Sci. Eng.*, v. 257A, p. 328-332, 1998.
- [39] LANGDON, T. G. The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing. *Mater. Sci. Eng.*, v. 462A, p. 3-11, 2007.
- [40] ZHU, Y. T.; LOWE, T. C. Observations and issues on mechanisms of grain refinement during ECAP process. *Mater. Sci. Eng.*, v. 291A, p. 46-53, 2000.
- [41] SHANKAR, M.R.; RAO, B.C.; CHANDRASEKAR, S.; COMPTON, W.D.; KING, A.H. Thermally stable nanostructured materials from severe plastic deformation of precipitation-treatable Ni-based alloys. *Scr. Mater.*, v. 58, p. 675-678, 2008.
- [42] YAMAGUSHI, D.; HORITA, Z.; FUJINAMI, T.; NEMOTO, M.; LANGDON, T.G. Factors affecting grain refinement in equal-channel angular pressing. *Mater. Sci. Forum*, v. 331-337, p. 607-612, 2000.
- [43] YU, C.Y.; SUN, P.L.; KAO, P.W.; CHANG, C.P. Evolution of microstructure during annealing of a severely deformed aluminum. *Mater. Sci. Eng.*, v. 366A, p. 310-317, 2004.
- [44] MARKUSHEV, M.V. YU, M. MURASHKIN, M. Structure and mechanical properties of commercial Al-Mg 1560 alloy after equal-channel angular extrusion and annealing. *Mater. Sci. Eng.*, v. 367A, p. 234-242, 2004.
- [45] WANG, Y.Y. SUN, P.L. KAO, P.W. CHANG, C.P. Effect of deformation temperature on the microstructure developed in commercial purity aluminum processed by equal channel angular extrusion. *Scr. Mater.*, v. 50, p. 613-617, 2004.

- [46] CAI, M., FIELD, D.P., LORIMER, G.W. A systematic comparison of static and dynamic ageing of two Al–Mg–Si alloys. *Mater. Sci. Eng.*, v. 373A, p. 65-71, 2004.
- [47] FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Review: processing of metals by equal channel angular pressing. *J. Mater. Sci.*, v. 36, p. 2835-2843, 2001.
- [48] RUSZ, S.; MALANIK, K. Using severe plastic deformation to prepare of ultra fine-grained materials by ECAP method. *Arch. Mater. Sci. Eng.*, v. 28, n. 11, p. 683-686, 2007.
- [49] SILVA, F. R. F.; LINS, J. F. C.; MEDEIROS, N.; MOREIRA, L. P.; GOUVÊA, J. P. Evolução Microestrutural de um aço IF prensado em canais equiangulares. *Tecnol. Metal. Mater.*, v. 5, n. 4, p. 193-197, 2009.
- [50] PRELL, M.; XU, C.; LANGDON, T.G. The evolution of homogeneity on longitudinal sections during processing by ECAP. *Mater. Sci. Eng.*, v. 480A, p. 449–455, 2008.
- [51] VILLEGAS, J.C.; DAI, K.; SHAW, L.L.; LIAW, P.K. Nanocrystallization of a nickel alloy subject to surface severe plastic deformation. *Mater. Sci. Eng.*, v. 410-411A, p. 257–260, 2005.
- [52] GUO, S.; LI, D.; PEN, H.; GUO, Q.; HU, J. Hot deformation and processing maps of Inconel 690 superalloy. *J. Nucl. Mater.*, v. 410, p. 52–58, 2011.
- [53] GUO, Q.; LI, D.; GUO, S.; PENG, H.; HU, J. The effect of deformation temperature on the microstructure evolution of Inconel 625 superalloy. *J. Nucl. Mater.*, v. 414, p. 440–450, 2011.